



Approche locale de la rupture dans un thermoplastique semi-cristallin : le PolyOxyMéthylène : Application : modélisation thermomécanique d'un procédé de vissage-taraudage

Jonathan Ricard

► To cite this version:

Jonathan Ricard. Approche locale de la rupture dans un thermoplastique semi-cristallin : le Poly-OxyMéthylène : Application : modélisation thermomécanique d'un procédé de vissage-taraudage. Autre. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2013. Français. NNT : 2013ENMP0034 . pastel-00945520

HAL Id: pastel-00945520

<https://pastel.archives-ouvertes.fr/pastel-00945520>

Submitted on 12 Feb 2014

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

École doctorale n°432 : Sciences des Métiers de l'Ingénieur

Doctorat ParisTech

T H È S E

pour obtenir le grade de docteur délivré par

l'École nationale supérieure des mines de Paris

Spécialité « Sciences et Génie des Matériaux »

présentée et soutenue publiquement par

Jonathan RICARD

le 24 octobre 2013

**Approche locale de la rupture dans un thermoplastique
semi-cristallin : le PolyOxyMéthylène.
Application : modélisation thermomécanique d'un procédé de
vissage-taraudage.**

Directeur de thèse : **Lucien LAIARINANDRASANA**

Jury

M. Roland SEQUELA, Directeur de Recherche CNRS, MATEIS, INSA de Lyon
M. Rafael ESTEVEZ, Professeur, SIMaP, Univ. Joseph Fourier de Grenoble
M. Moussa NAIT-ABDELAZIZ, Professeur, Univ. de Lille 1, Polytech'Lille, Dépt. Mécanique
M. Gilles HOCHSTETTER, Docteur, CERDATO, ARKEMA, France
M. Fabrice GUIGNE, Ingénieur, PSA Peugeot Citroën, France
M. Lucien LAIARINANDRASANA, Maître de recherche HDR, CdM, MINES Paris Tech

Président
Rapporteur
Rapporteur
Examineur
Examineur
Examineur

MINES ParisTech
Centre des Matériaux

CNRS UMR 7633, BP 87 91003 Évry Cedex, France

**T
H
È
S
E**

Remerciements

Ces quatre années passées m'ont très positivement marqué. Assurément elles ont été riches d'enseignements professionnels et m'ont profité sur le plan personnel. J'ai en effet eu la chance de rencontrer tout au long de cette période de nombreuses personnes qui m'ont profondément enrichi tant sur le plan professionnel que relationnel. Ainsi, en m'efforçant d'en oublier aucune, je vais désormais remercier toutes ces personnes qui ont contribué de près ou de loin à la réussite de ce projet de recherche.

D'abord, j'exprime beaucoup de gratitude à l'égard de mon directeur de thèse. Un immense merci à toi Lucien pour ta disponibilité, ton écoute et pour l'équilibre parfait que tu m'as offert entre liberté d'explorer et encadrement de la thèse. Je me souviendrai longtemps de nos nombreux échanges scientifiques tout aussi passionnants que passionnés et de ta hauteur de vue, qui a permis d'ajuster plus d'une fois et aux moments clés, la trajectoire de l'étude.

Un grand remerciement à mon responsable industriel, pour la confiance qu'il m'a accordée tout au long de ce projet. Je te remercie Fabrice en espérant sincèrement que le travail réalisé a permis de faire des choix stratégiques à court et moyen terme, et qu'il participera à la concrétisation du besoin industriel à long terme.

J'adresse tout aussi sincèrement des remerciements aux membres du jury. Un grand merci à Roland Séguéla pour m'avoir fait l'honneur de présider mon jury, à Rafael Estevez et Moussa Nait-Abdelaziz, d'avoir accepté de consacrer du temps à rapporter sur mon manuscrit, ainsi qu'à Gilles Hochstetter pour avoir examiné mes travaux.

Parmi les personnes qui ont beaucoup contribué à faire avancer ce projet, je pense bien entendu au personnel du Centre des Matériaux. Les techniciens de l'atelier tout d'abord, Christophe Meurin, René Cluzet, Georges Cassas et Jean-Pierre Etourneau, qui ont fourni un travail d'usinage d'une remarquable précision et qui ont toujours été à l'écoute des différents problèmes techniques rencontrés. J'ai pu grâce à eux résoudre une bonne partie et pour cela, je leur témoigne toute ma reconnaissance.

Merci aux personnes de l'équipe CHT, Alain Koster, Steve Duvinage et Matthieu Rambaudon, sans qui plusieurs résultats clés de la thèse n'auraient pas pu être obtenus.

Je n'oublie pas de remercier toute l'équipe MM, en particulier Julie Heurtel, Abdenmour

Meddour et Anne Laurent, grâce à qui j'ai notamment pu devenir autonome sur un certain nombre d'équipements largement utilisés durant la thèse.

Merci à Thilo Morgeneyer et Henry Proudhon, qui se sont énormément investis lors des deux campagnes d'observation menées à l'ESRF de Grenoble.

Je ne manquerai pas non plus de remercier également Yann Auriac, qui m'a aidé à réaliser certaines analyses physico-chimiques, ainsi que Brigitte Raviart pour ses précieux conseils en préparation d'échantillons et sa pédagogie lors des différentes formations reçues notamment en microscopie optique.

Mes remerciements vont enfin à Missoum-Benziane Djamel, Stéphane Quilici et Nikolay Osipov qui m'ont toujours prêté une oreille attentive aux difficultés rencontrées. Grâce à leur grande compétence en calcul numérique, le projet s'est trouvé débloqué à plusieurs reprises.

Un certain nombre de techniciens et d'ingénieurs de chez PSA Peugeot Citroën ont également fourni un travail déterminant. Je pense aux membres de l'équipe PMXP, Stéphane Joly, Thomas Prenant et Madame Martinez, qui ont réalisé des observations microscopiques d'une grande valeur. Les résultats de ce travail sont précieux et comptent parmi les plus importants de cette thèse.

Enfin, un grand merci au LIMATB de l'Université de Bretagne-Sud à Lorient, en particulier à Alain Bourmaud, d'avoir accepté de prendre en charge les essais d'indentation. Ces résultats ont fourni des renseignements très intéressants à propos de la nature du matériau de l'étude.

Je tiens à présent à témoigner toute mon amitié aux membres de l'équipe POFI de chez PSA Peugeot Citroën avec qui j'ai partagé de très bons moments.

Merci à vous tous pour votre sympathie et votre ouverture d'esprit, en espérant vraiment retrouver une ambiance de travail aussi propice à l'épanouissement professionnel.

Avant de conclure ces sincères remerciements, je tiens à dire que cette période n'aurait bien évidemment pas été aussi enrichissante sur le plan relationnel sans les amis.

Une belle pensée à vous tous, Mamane, Mamadou, Georges, Wassim, Huaidong, Pongsak, Yasmine, Sébastien, Djamel, Vladislav, Baramee, Naruepon, Ekkarin.

Je conclus ces remerciements en pensant à ma famille et mes proches. Je suis infiniment reconnaissant envers vous les parents, et toi ma sœur, qui n'avez jamais cessé de m'encourager et de me soutenir tout au long de mon parcours.

Vous avez toujours su trouver les mots justes, ceux qui réconfortent tant et redonnent confiance en soi dans les moments de doutes.

Je te dédie ces derniers mots Émilie, toi qui m'a soutenu et encouragé quotidiennement durant ces deux dernières années.

Nul doute que la plupart des doctorants ressentent comme une grande épreuve la rédaction du manuscrit. C'est bien ainsi que j'ai vécu ces moments. D'aucuns ont cette chance, celle de profiter d'une douce présence qui nous encourage à persévérer.

Grâce à toi, j'ai eu cette chance, MERCI ma c'harantez.

Table des matières

Introduction générale	5
A Contexte industriel	6
B Problématique et approche scientifique	7
C Plan du mémoire	10
Bibliographie	12
Chapitre I Caractérisation physico-chimique et microstructurale du matériau	13
Introduction	14
A Généralités sur le PolyOxyMéthylène	14
B Caractérisation physico-chimique	17
B.I Composition chimique du matériau	17
B.II Taux de cristallinité	17
B.III Température de transition vitreuse	20
C Hétérogénéité microstructurale dans l'épaisseur d'une pièce industrielle	22
D Évolution du module de Young dans l'épaisseur par essais de nano-indentation	26
Bibliographie	35
Chapitre II Essais mécaniques	37
Introduction	38
A Chargement associé au procédé industriel de vissage-taraudage	38
A.I Mesure de l'élévation de la température due à la friction à l'interface métal/polymère	38
A.I.1 Protocole expérimental	38
A.I.2 Analyse approfondie des mesures de température	42
A.II Observations microscopiques au voisinage de la zone taraudée	52
A.II.1 Observations au Microscope Électronique à Balayage (M.E.B)	52
A.II.2 Observations par micro-tomographie X Synchrotron	54
B Essais de traction sur éprouvettes lisses et entaillées	55
B.I Méthodologie de caractérisation	55

B.II	Comportement uniaxial : Essais de traction sur éprouvettes lisses	57
B.II.1	Protocole expérimental	57
B.II.2	Résultats	60
B.II.2.1	Estimation du module de Young	60
B.II.2.2	Estimation du coefficient de Poisson	60
B.III	Comportement multiaxial : Essais de traction sur éprouvettes entaillées .	61
B.III.1	Mécanique des éprouvettes entaillées	62
B.III.2	Géométrie des éprouvettes	65
B.III.3	Dispositif expérimental	67
B.III.4	Résultats : Effet d'entaille sur le comportement	68
B.III.5	Influence de la température	71
B.III.6	Mise en exergue de la viscosité	72
	Bibliographie	74
Chapitre III Mécanismes d'endommagement et de rupture		77
	Introduction	78
A	Distribution spatiale de la porosité au cours du chargement	78
A.I	Essais de traction interrompus sur éprouvettes TE1 et TE0,06	78
A.II	Analyse de la porosité par tomographie synchrotron	82
A.II.1	Caractéristiques géométriques et positions des volumes d'intérêt (VI)	82
A.II.2	Analyse qualitative de la porosité par des observations tomo- graphiques	85
A.III	Analyse structurale de la porosité par MEB	91
A.III.1	Protocole expérimental	93
A.III.2	Résultats	93
A.IV	Distribution spatiale du taux de porosité	102
A.IV.1	Technique de mesure du taux de porosité	103
A.IV.2	Distribution radiale du taux de porosité	104
A.IV.2.1	Rayon à fond d'entaille 1 mm, à deux niveaux de char- gement	104
A.IV.2.2	Rayon 0,06 mm, 2 niveaux de chargement	109
A.IV.3	Distribution axiale du taux de porosité	111
A.IV.3.1	Rayon 1 mm, 2 niveaux de chargement	111
A.IV.3.2	Rayon 0,06 mm, 2 niveaux de chargement	114
B	Mécanismes de rupture sur éprouvette de type «Compact Tension» (CT)	116
B.I	Protocole expérimental	116

B.II	Localisation de l'amorçage et champ de porosité en fond de fissure . . .	117
	Bibliographie	122
Chapitre IV Modélisation numérique		125
	Introduction	126
A	Le modèle de Gurson-Tvergaard-Needleman(GTN)	126
B	Optimisation des paramètres du modèle GTN	134
B.I	Optimisation des paramètres de «comportement».	134
B.I.1	Résultats à 20°C	134
B.I.1.1	Identification préliminaire par méthode «directe» . . .	134
B.I.1.2	Identification par méthode «inverse»	135
B.I.2	Résultats à 60°C et 85°C	139
B.I.2.1	Paramètres matériaux à 60°C	140
B.I.2.2	Paramètres matériaux à 85°C	141
B.I.3	Bilan de l'identification de la viscosité aux différentes températures	144
B.II	Optimisation des paramètres d'endommagement	144
B.II.1	Identification du paramètre q_2 par la distribution spatiale de la porosité	144
B.II.2	Identification du paramètre q_1 par simulation de l'essai in-situ en laminographie synchrotron sur éprouvette CT	152
B.II.2.1	Les conditions limites de l'essai in-situ en laminographie synchrotron sur CT	154
B.II.2.2	Maillage de l'éprouvette CT	154
B.II.2.3	Identification du paramètre q_1	163
B.II.2.4	Influence du taux de porosité critique f_c sur le comportement à rupture des éprouvettes axisymétriques entaillées TE1 et TE0,06 à 20°C	165
B.III	Récapitulatif des paramètres du modèle GTN	168
	Bibliographie	172
Chapitre V Simulation du procédé de vissage-taraudage		177
	Introduction	179
A	Simulation du procédé de vissage-taraudage dans le POM	179
A.I	Modélisation simplifiée de la structure en 2D axisymétrique	179
A.II	Mise en évidence des verrous d'ordre numérique	182
A.II.1	Sensibilité du maillage à la profondeur d'indentation limite avant divergence du calcul	182

TABLE DES MATIÈRES

A.II.2	Influence du coefficient de frottement sur la profondeur d'indentation limite avant divergence du calcul	184
A.II.3	Localisation de l'endommagement maximal au cours du taraudage	185
A.III	Alternative pour la prévision de l'endommagement introduit au cours du taraudage	186
A.IV	Calculs thermomécaniques pour simuler le procédé de vissage-taraudage .	188
A.IV.1	Méthodologie de résolution et conditions limites	190
A.IV.2	Influence de la vitesse d'indentation sur la localisation de l'endommagement et sur l'élévation de température due à l'auto-échauffement	191
A.IV.3	Prise en compte de l'échauffement dû à la friction métal/polymère	195
A.IV.3.1	Flux de chaleur à l'interface de contact	195
A.IV.3.2	Influence de l'élévation de la température sur le champ d'endommagement	196
A.V	Tentative d'une modélisation de l'assemblage en 3D.	199
B	Applications aux problématiques industrielles	201
B.I	Détermination des conditions optimales de vissage-taraudage serrage . .	201
B.I.1	Position du problème	201
B.I.2	Domaine «autorisé» - Marge de sécurité	202
B.II	Prédiction par le calcul d'un assemblage vis polymère/écrou polymère. .	205
B.II.1	Position du problème	205
B.II.2	Prévision de la localisation du maillon faible de l'assemblage . .	206
	Bibliographie	210
	Conclusion générale	211
	Bibliographie	217
	Annexes	219
	Bibliographie	234

Introduction générale

Sommaire

A	Contexte industriel	6
B	Problématique et approche scientifique	7
C	Plan du mémoire	10
	Bibliographie	12

A Contexte industriel

Le besoin industriel exprimé par PSA Peugeot Citroën au début de ce projet repose sur une problématique liée spécifiquement au dimensionnement d'un procédé d'assemblage de pièces plastiques par vissage-taraudage. Cette technique de fixation est fortement utilisée par le service en charge du montage des différents organes du véhicule. Ce procédé est en effet répandu de par le fait qu'il présente l'avantage d'être réversible, c'est-à-dire offrant la possibilité d'un démontage puis d'un remontage de la pièce à assembler. Il procure également un plaquage de bonne qualité entre les différentes pièces de l'assemblage, générant de ce fait peu de vibrations en service d'où de meilleurs résultats en termes d'acoustique. Finalement, ce procédé permet d'atteindre une cadence d'assemblage suffisamment élevée en usine pour pouvoir respecter certains critères économiques imposés par le cahier des charges du constructeur. D'un point de vue technique, la pièce «porteuse», dont le rôle s'apparente à celui de l'écrou d'un assemblage vis/écrou classique, ne présente initialement qu'un avant-trou lisse non-taraudé. Ainsi le principe du procédé consiste à venir réaliser ce taraudage directement lors du montage de la pièce «portée» en utilisant une vis métallique autotaraudeuse. Au fur et à mesure de la rotation de la vis, l'extrémité de son filet dessine progressivement un sillon sur la surface intérieure lisse de l'écrou plastique. Lorsque la phase de serrage débute, c'est à dire au moment où le plaquage des pièces intervient, la vis vient s'appuyer sur la surface de ce sillon afin de transmettre les efforts et d'assurer la mise en tension de l'assemblage. On assiste alors généralement à l'arrachement du taraudage s'accompagnant du «foirage» de la vis si le couple de serrage maximal (couple de ruine) est atteint. Par conséquent, le dimensionnement d'un tel assemblage vise à déterminer une géométrie (profil du filet de la vis, diamètre de la vis et de l'écrou, matériau de l'écrou, etc.) ainsi qu'un chargement (vitesse de rotation imposée à la vis) qui soient compatibles avec le couple de serrage minimal préconisé. A l'heure actuelle, le dimensionnement de l'assemblage est validé en effectuant directement des essais sur la structure réelle en utilisant un banc de vissage spécifique qui enregistre tout au long du procédé le couple en fonction de l'angle de vis imposé. Dans le cas où l'on constate que le couple de ruine est supérieur au couple de serrage «cible» une nouvelle boucle de dimensionnement est enclenchée. Cette approche, basée uniquement sur l'expérience, s'avère être relativement efficace étant donné le nombre acceptable de dysfonctionnements ponctuels remontant de la chaîne d'assemblage. Cependant, les tests de validation sur banc sont d'une part relativement long et coûteux et d'autre part ceux-ci ne permettent d'explorer l'influence que d'un nombre limité de paramètres. L'utilisation du calcul par éléments finis afin de simuler l'opération de vissage-taraudage jusqu'à la rupture permettrait de pré-dimensionner rapidement l'assemblage et de réduire le nombre d'essais de validation sur banc. De plus, cet outil numérique de dimensionnement offrirait la possibilité de mener des plans d'expériences plus larges en étudiant l'influence d'un plus grand nombre de

paramètres, conduisant de ce fait à une plus grande précision des résultats. L'industriel exprime ainsi le besoin d'optimiser ce procédé de vissage-taraudage dans les matières plastiques de façon notamment à progresser encore en matière de standardisation des couples de serrage.

B Problématique et approche scientifique

Nous nous plaçons dans la démarche de l'approche locale de la rupture [Pineau, 2006]. En opposition à l'approche globale qui utilise les variables globales telles que la force, l'ouverture d'entaille ou le déplacement traverse, cette approche se veut représentative des mécanismes d'endommagement menant à la rupture d'une structure donnée. Elle est dite «locale» parce qu'on s'intéresse au «process zone» en tête de fissure. Ce qui impose deux échelles (au moins) d'investigation aussi bien expérimentale que théorique et numérique. Les ingrédients nécessaires à l'utilisation efficace de l'approche locale sont :

- les données expérimentales à l'échelle macroscopique - des observations fines des mécanismes de déformation et d'endommagement, à l'échelle inférieure (microscopique) - des modèles de comportement capables de rendre compte de ces deux types de données expérimentales
- un code calcul par éléments finis sur lequel est implémenté le modèle choisi

Si l'approche locale de la rupture a fait l'objet d'attention soutenue dans la communauté scientifique des matériaux métalliques, il est flagrant que sur les matériaux polymères, les études sont beaucoup plus rares. Dans ce travail, nous nous efforçons alors de suivre cette démarche, tout en faisant ressortir la particularité des matériaux polymères.

Ainsi, durant la phase d'interaction entre le filet de la vis, c'est-à-dire l'outil, et la pièce plastique, le matériau polymère, un grade de PolyOxyMéthylène dans le cadre de cette étude, subit localement des déformations importantes, notamment volumiques, élastiques, viscoélastiques et élastoviscoplastiques. De plus, ces déformations s'effectuent à des vitesses nécessairement élevées étant donné que celles-ci sont imposées par la vitesse angulaire de la vis dont la valeur standard est de l'ordre de 500 tr/min. Le matériau est soumis durant la phase de taraudage à une forte concentration de contraintes générée par la forte acuité de l'outil (angle de courbure à l'extrémité du filet de vis de quelques dizaines de micromètres) qui pénètre ou «indente» progressivement la matière. Il est donc probable que dans ces conditions environnementales particulièrement sévères, le matériau subit un état de contraintes multiaxial dont la composante hydrostatique engendre à l'échelle locale le développement d'un endommagement. A l'échelle macroscopique, l'endommagement se traduit par un blanchiment (cf. figure 1). Comme l'explique notamment Andrews [Andrews, 1986] ou bien encore Schirrer [Schirrer, 1997], le blanchiment apparaissant à l'œil nu est dû à une modification de la transmission de la lumière avec l'orientation et la croissance des cavités en cours de déformation à l'échelle microscopique [Boisot, 2009].

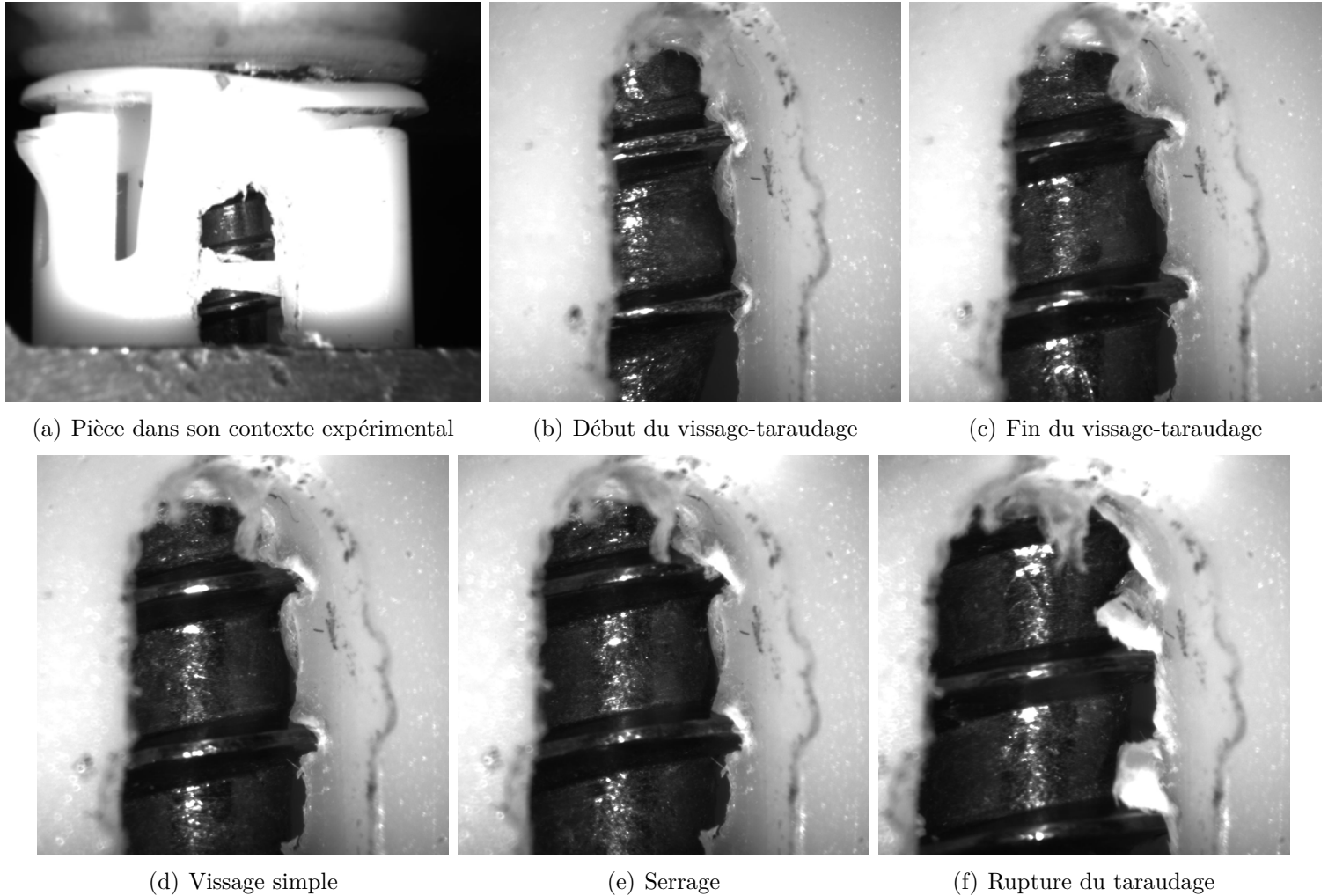


FIGURE 1 – Vue interne de la pièce industrielle filmée par une caméra haute résolution au cours du procédé de vissage du début de la création du taraudage, jusqu’à la rupture de la partie taraudée (couple > couple de ruine) succédant à la phase de serrage (rotation de la vis imposée manuellement et à vitesse lente) : Mise en évidence du blanchiment apparaissant à l’œil nu en fond de taraudage.

Lorsque le système est mis en tension lors de la phase de serrage, les contraintes viennent se localiser dans les zones présentant des singularités géométriques telles que le fond du taraudage. Sachant que cette zone est constituée d’un certain nombre de cavités ayant crû sous l’effet de la pression hydrostratique [Sternstein, 1973] mais également potentiellement de micro-craquelures (ou « crazes ») [Kausch, 1976], celle-ci constitue clairement le maillon faible de la structure. La connaissance approfondie de cette zone critique (distribution spatiale des cavités, valeur des taux de porosité, etc), est un premier enjeu majeur dans notre démarche. L’endommagement du matériau apparaît donc clairement comme étant un paramètre clé nécessitant d’être finement caractérisé expérimentalement puis modélisé afin de pouvoir estimer de façon rationnelle sa distribution et son niveau à la fin de la procédure de serrage.

La simulation de ce procédé de vissage-taraudage se résume donc en partie à la résolution d'un problème de mécanique de la rupture que l'on juge nécessaire de résoudre en optant pour une modélisation par l'approche locale, guidée par les mécanismes de déformation et d'endommagement qu'on aura observés et analysés.

Précisons qu'un certain nombre de modèles existants sont capables de décrire le comportement mécanique ainsi que l'évolution de l'endommagement du matériau au cours du chargement et en tout point de la structure. Leurs utilisations nécessitent alors d'attribuer une valeur à chaque paramètre de la loi mathématique régissant l'évolution de l'endommagement. Rappelons que les valeurs que l'on attribue aux paramètres qui sont liés au comportement mécanique, tels que le module de Young, la limite d'élasticité, le coefficient de Poisson, ou bien encore les paramètres régissant la loi d'écrouissage si l'on prend en compte ce phénomène, sont préalablement identifiés au cours d'une étude de caractérisation expérimentale dans laquelle on réalise des essais mécaniques, généralement de traction, sur des éprouvettes lisses. On exploite ainsi le fait que sur ce type d'éprouvettes les champs de contraintes et de déformations sont quasiment homogènes afin d'identifier les paramètres mécaniques à partir des courbes expérimentales contraintes-déformations et en utilisant une méthode d'identification relativement simple à savoir celle dite «directe». Concernant les paramètres d'endommagement, il est difficile de les identifier de façon réaliste à partir de seuls essais de traction sur échantillons lisses, l'évolution de l'endommagement étant fonction de la pression hydrostatique. Il faut alors s'évertuer à trouver des échantillons dont l'état de contrainte est triaxial. La démarche proposée ici consiste à réaliser des essais de traction sur des éprouvettes ayant pour particularité d'être munies d'une entaille de façon à générer en son sein un chargement multiaxial. C'est alors le rayon initial de l'entaille qui induit une pression hydrostatique plus ou moins importante sachant que plus celui-ci est faible et plus la pression est élevée. Une fois ces essais effectués il s'agit d'exploiter l'allure des variables observables telles que la force globale appliquée, l'ouverture d'entaille, ou bien encore la réduction diamétrale de l'éprouvette, afin d'identifier les paramètres de comportement et d'endommagement. On utilise dans ce cas une méthode dite «inverse» qui consiste à réaliser, à chaque incrément d'optimisation des coefficients, la simulation numérique de l'essai même. On mesure donc après chaque simulation l'écart entre la réponse globale expérimentale et simulée en cherchant un jeu de paramètres qui minimise cet écart.

Cette deuxième démarche est donc de plus en plus utilisée pour sa plus grande capacité à rendre compte des mécanismes observés. Afin d'accroître le réalisme des valeurs des paramètres d'endommagement de ces modèles, on intègre depuis plusieurs années dans la base expérimentale de l'optimisation des profils expérimentaux de taux de porosité reflétant la distribution spatiale de l'endommagement. Ceux-ci peuvent être déterminés en s'appuyant notamment sur des observations MEB de surfaces de coupe prélevées dans des éprouvettes entaillées interrompues à différents instants du chargement [Lafarge, 2004 ; Boisot, 2009].

L'approche expérimentale retenue au cours de cette étude est donc une approche multi-échelles consistant à caractériser l'endommagement du matériau à partir de résultats d'essais de traction sur éprouvettes axisymétriques entaillées. Afin d'accroître la fiabilité de cette stratégie d'optimisation, on choisit de faire appel à des techniques relativement sophistiquées telles que la préparation de surface par rectification en ultra-cryo-microtomie, permettant des observations MEB à des échelles très fines, ainsi que la micro-tomographie 3D aux rayons X en haute résolution (rayonnement synchrotron). Les observations obtenues grâce à ces deux techniques ont permis d'analyser finement les mécanismes d'endommagement du matériau. De plus, celles-ci ont pour vocation à être exploitées dans le but d'obtenir des mesures de la distribution spatiale de l'endommagement au sein des éprouvettes de traction entaillées, l'essai étant interrompu à plusieurs niveaux de déformation. Notons également qu'une autre technique très récente, consistant à effectuer un essai in-situ en laminographie synchrotron sur une éprouvette «Compact Tension» (CT), est également employée afin d'analyser précisément les mécanismes de rupture du matériau. Une fois cette base expérimentale constituée, celle-ci est exploitée afin d'optimiser les coefficients d'un modèle endommageable en utilisant une méthode d'optimisation «inverse». L'approche numérique consiste alors à simuler le procédé industriel de vissage-taraudage à partir de ce modèle identifié. Un autre aspect étudié dans le cadre de ce projet est l'intervention de la température au cours du procédé industriel. En effet, on précise que le chargement imposé lors de la phase de vissage-taraudage correspond en réalité à un chargement thermo-mécanique. Il sera montré expérimentalement que la friction entre le filet de la vis métallique et la surface du taraudage provoque une élévation importante de la température superficielle à l'interface de contact acier/polymère. Cet échauffement est de nature à engendrer une modification du comportement mécanique du polymère dans un environnement proche de la source chaude à l'interface acier/polymère et dans la zone critique près du fond du taraudage, là où l'endommagement se développe. On propose alors d'imposer dans la simulation numérique du procédé un flux thermique équivalent à celui mesuré expérimentalement. Cette démarche nécessite de caractériser le comportement mécanique du matériau dans une gamme de températures comprise entre l'ambiante et la température superficielle maximale mesurée. La simulation de tout le procédé (vissage-taraudage puis serrage) permet d'avoir accès à tous les paramètres (globaux et locaux). L'outil numérique permet ainsi de trouver les conditions optimisées du point de vue industriel pour accroître la fiabilité du système d'assemblage. Il a même aidé à prédire la tenue mécanique d'un système «virtuel» d'assemblage par vis polymérique et bossage polymérique.

C Plan du mémoire

Ce mémoire s'articule autour de cinq chapitres. Le premier est consacré à la caractérisation physico-chimique et microstructurale du matériau étudié, à savoir un grade de PolyOxyMé-

thylène (POM) amélioré au choc par des nodules d'élastomère. Ce chapitre vise notamment à renseigner une partie de la carte d'identité du matériau en mesurant certaines de ses propriétés physiques (température de fusion, température de transition vitreuse, taux de cristallinité) ainsi qu'en analysant sa composition chimique. Le deuxième objectif de ce premier chapitre est de prendre du recul par rapport à l'échelle du problème de mécanique des milieux continus lié au procédé de vissage-taraudage, c'est-à-dire l'indentation du polymère sur une profondeur de quelques centaines de micromètres. Pour y parvenir, on choisit d'étudier l'hétérogénéité de la microstructure sphérolitique et de certaines propriétés mécaniques dans l'épaisseur d'une pièce industrielle choisie comme référence.

Le deuxième chapitre porte sur la caractérisation du comportement mécanique du matériau. Celui-ci débute par l'investigation du chargement associé au procédé industriel. L'aspect thermique est alors tout d'abord étudié en mesurant expérimentalement à l'aide d'une caméra infrarouge haute résolution l'élévation de la température superficielle due à la friction entre la vis métallique et le bossage polymère au cours du vissage-taraudage. Dans un deuxième temps, on entreprend d'analyser localement la zone taraudée en réalisant des observations MEB et tomographiques haute résolution de façon à vérifier l'état du matériau dans cette zone après la phase de vissage-taraudage. La deuxième partie de ce chapitre concerne les résultats des essais mécaniques de caractérisation conduits en traction monotone à différentes températures et vitesses de sollicitation sur des éprouvettes axisymétriques entaillées de plusieurs rayons d'entaille.

Au cours du troisième chapitre, l'endommagement et la rupture du matériau sont caractérisés expérimentalement. Ainsi on commence par présenter les principales observations MEB et tomographiques réalisées sur des échantillons provenant d'éprouvettes entaillées issues d'essais interrompus à différents instants du chargement. Dans un second temps, on explique en détails comment ces observations sont exploitées afin de construire les profils de taux de porosité reflétant les distributions radiales et axiales de l'endommagement. Dans le troisième paragraphe, on décrit certains mécanismes de rupture du matériau en s'appuyant sur les résultats d'un essai in-situ laminographie synchrotron effectué sur une éprouvette de la mécanique de la rupture de type CT «Compact Tension».

Le chapitre suivant a pour vocation de présenter dans un premier temps le modèle de comportement utilisé parmi ceux existant dans la littérature. La stratégie d'optimisation des coefficients du modèle employée ainsi que les principaux résultats d'identification obtenus sont ensuite décrits pas à pas.

On aborde ensuite le cinquième et dernier chapitre au cours duquel sont tout d'abord présentés les résultats issus de la simulation numérique du procédé industriel de vissage-taraudage. On s'attache alors à expliquer dans un premier temps les tenants et aboutissants d'une stratégie de calcul alternative élaborée dans le but de simplifier les problèmes d'ordre numérique

bloquant la simulation complète de la phase de taraudage. Les résultats de plusieurs calculs thermomécaniques sont ensuite présentés. Ceux-ci ont pour principal objectif d'analyser l'impact de l'élévation de la température, due à la fois au frottement ainsi qu'à l'auto-échauffement, sur le comportement mécanique et l'évolution de l'endommagement dans la zone taraudée. En conséquence de l'accès à tous les paramètres issus de la simulation réussie, le chapitre comporte une deuxième partie ayant pour vocation d'illustrer le potentiel d'applications industrielles du modèle d'endommagement identifié sous deux formes. La première consiste à effectuer des calculs systématiques permettant de choisir la gamme de vitesse de vissage et de couple de serrage optimisée pour la production. La seconde présente les résultats d'une simulation menée en trois dimensions du vissage puis du serrage d'un assemblage vis polymère (POM)/écrou polymère (POM) à pas métrique. Ce calcul fait suite à une proposition d'amélioration technique faite par l'industriel à la fin de ce projet.

Finalement, ce mémoire s'achève en concluant de façon générale sur les principaux résultats obtenus grâce aux travaux de recherches menés tout en ne manquant pas d'évoquer les perspectives notamment en termes d'améliorations des résultats de simulation du procédé industriel de vissage-taraudage.

Bibliographie

- [Andrews & Piercy, 1986] Andrews, G. & Piercy, A. (1986). *Journal of Materials Science Letters* 5, 969–971.
- [Boisot, 2009] Boisot, G. (2009). Mécanismes et modélisation mécanique de la déformation, de l'endommagement et de la rupture du PolyAmide 11 pur et renforcé choc. PhD thesis, École Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [Kausch, 1976] Kausch, H. (1976). *Kunstst Ger Plast* 66, 538–544.
- [Pineau, 2006] Pineau, A. (2006). *International Journal of Fracture* 138, 139–166.
- [Schirrer et al., 1997] Schirrer, R., Lenke, R. & Boudouaz, J. (1997). *Polymer Engineering and Science* 37, 1748–1760.
- [Sternstein & Myers, 1973] Sternstein, S. S. & Myers, F. A. (1973). *Journal of Macromolecular Science, Part B* 8, 539–571.

Chapitre I

Caractérisation physico-chimique et microstructurale du matériau

Sommaire

Introduction	14
A Généralités sur le PolyOxyMéthylène	14
B Caractérisation physico-chimique	17
B.I Composition chimique du matériau	17
B.II Taux de cristallinité	17
B.III Température de transition vitreuse	20
C Hétérogénéité microstructurale dans l'épaisseur d'une pièce industrielle	22
D Évolution du module de Young dans l'épaisseur par essais de nano-indentation	26
Bibliographie	35

Introduction

On présente dans ce premier chapitre les résultats d'une étude expérimentale menée sur une pièce industrielle choisie comme référence, à savoir un insert de fixation moulée par injection constituée d'un grade de PolyOxyMéthylène (POM) amélioré au choc par des nodules d'élastomère. La première étape de cette étude consiste à caractériser le matériau d'un point de vue physico-chimique, caractérisation au cours de laquelle on mesure la température de transition vitreuse, le taux de cristallinité du polymère, la température de fusion ainsi que la composition chimique du matériau. Une investigation de la microstructure sphérolitique de la pièce industrielle est ensuite menée en effectuant des observations au microscope optique sur des lames minces découpées dans l'épaisseur de la pièce à l'aide d'un microtome. Finalement, l'hétérogénéité du module de Young dans l'épaisseur de la pièce est quantifiée en réalisant des essais de nano-indentation instrumentés.

A Généralités sur le PolyOxyMéthylène

Le PolyOxyMéthylène (ou polyformaldéhyde), de sigle POM selon la norme ISO 1043, est un polymère faisant partie de la famille des thermoplastiques semi-cristallins. Il présente un intérêt industriel dans de nombreux secteurs (sport et loisirs, skis (9%); biens de consommation (13%), emballage, aérosol, médical (9%); électroménager (6%); équipement électriques (9%); équipements mécaniques (11%)) et tout particulièrement dans celui de l'automobile, notamment à cause de sa bonne tenue aux carburants. Comme indiqué sur le schéma de la figure I.1 Le POM peut être classé parmi les thermoplastiques dit «techniques», c'est à dire dont la vocation est d'être utilisé dans tous les domaines de pièces à fonctions mécaniques, en remplacement des métaux et des matières plastiques thermodurcissables. Grâce à son taux de cristallinité élevé, dû à la structure non-ramifiée de ses chaînes macromoléculaires, le POM dispose de bonnes propriétés mécaniques tant à basse ($> -40^{\circ}\text{C}$) qu'à haute température ($< 100^{\circ}\text{C}$) [Desbonnet, 2006]. A la température ambiante, la valeur moyenne de son module de Young est d'environ 3,2 GPa (cf. tableau de la figure I.2). Par comparaison avec les principaux thermoplastiques techniques et à haute performance, on constate sur le tableau de la figure I.2 que seul le PMMA est plus rigide que le POM. Le tableau révèle par ailleurs que le POM présente la deuxième plus haute contrainte au seuil d'écoulement haut en traction S_y derrière le PA6 sec, ce dernier étant hydrophile contrairement au POM dont les propriétés mécaniques sont stables au contact de l'humidité. A noter que ce haut seuil d'écoulement s'accompagne pour le POM d'une excellente mémoire élastique (effet ressort). On remarque également que le

POM possède une résistance à la rupture R_r ainsi qu'une résistance au choc Izod se situant dans la moyenne. Comme l'indique le tableau de la figure I.3, la température de transition vitreuse du POM est particulièrement basse comparativement aux autres thermoplastiques. Ainsi cette particularité lui permet de maintenir sa résistance au choc Charpy remarquable jusqu'à -40°C . Rappelons aussi que le POM est un polymère dit «autolubrifié», en raison de ses très bonnes caractéristiques au frottement qui sont dues à une dureté très élevée et à la possibilité d'obtenir des surfaces lisses. A noter que cette prédisposition au frottement, associée à une très bonne résistance à l'abrasion et à l'usure, permet de l'utiliser pour de nombreuses applications comme les joints hémisphériques de rotules dans les automobiles et dans des latteurs de cuisine, les coussinets incorporés dans les carters, les engrenages, les paliers, etc. Le POM résiste particulièrement bien aux produits chimiques tels que les hydrocarbures aromatiques, les lubrifiants de châssis et les huiles de moteur aux températures supérieures à 65°C , les fluides de freins, les produits phytosanitaires, les acides faibles, etc. Le POM ne supporte en revanche pas les acides forts (pH4) et les produits oxydants même à la température ambiante. Finalement, on rappelle que l'un des inconvénients du POM est sa densité relativement élevée comparé aux autres thermoplastiques indiqués dans le tableau de la figure I.2. En outre, il dispose d'une mauvaise tenue au rayonnement ultraviolet ainsi qu'au vieillissement thermique.

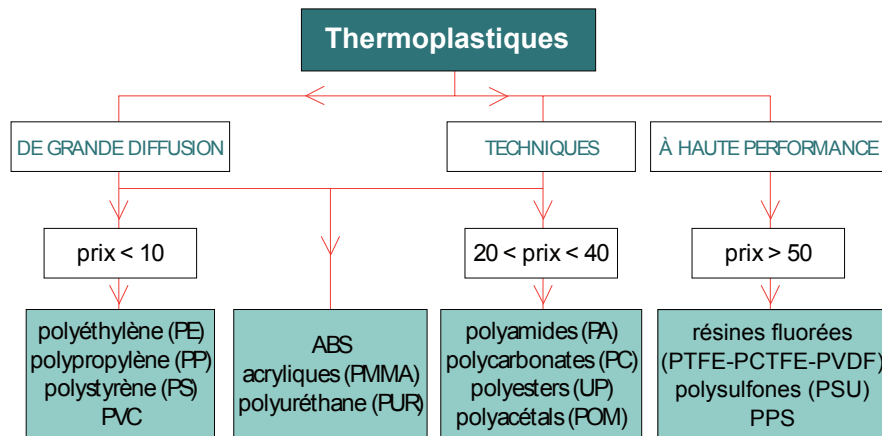


FIGURE I.1 – Principaux thermoplastiques techniques et à hautes performances (tiré de [Gaston, 2009]).

Le POM existe sous deux formes. La première forme homopolymère est mise au point en 1953 par le chimiste Robert Mc Donald dans le cadre d'un vaste programme de recherches réalisé au sein de la société Du Pont de Nemours. La production industrielle de cette première forme de POM démarre en 1956 à Parkesburg (Virginie occidentale/USA). On peut voir sur la figure I.4 la formule générale du POM homopolymère. Les chaînes sont constituées par des motifs formyle (oxyméthylène) $-\text{CH}_2-\text{O}-$. Les masses molaires M_n associées à la forme homopolymère

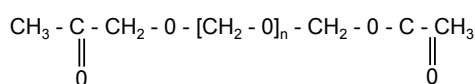
		Symbole	Propriétés thermiques			
			T _i [°C]	T _g [°C]	Température maximale d'utilisation en continu, sans contrainte [°C]	Température minimale d'utilisation [°C]
TECHNIQUES	acrylonitrile butadiène styrène	ABS		105	88	-30
	polyméthacrylate de méthyle	PMMA		113	78	
	polyamide 6	PA 6 (sec)	215	50	100	
	polycarbonate	PC		148	123	-25
	polyoxyméthylène	POM	171	-55	100	-40
A HAUTE PERFORMANCE	polyfluorure de vinylidène	PVDF	170	-42	150	-40
	polytétrafluoroéthylène	PTFE	335	105	250	-150
	polysulfone	PSU		188	150	-100

FIGURE I.2 – Propriétés thermiques des principaux thermoplastiques techniques et à hautes performances à 23°C (tiré de [Biron, 2013]).

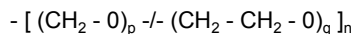
	Symbole	Propriétés physico-chimiques		Propriétés mécaniques					
		ρ [g/cm ³]	Absorption d'eau en 24 h [%]	E [GPa]	R _e [MPa]	A ₁₀ [%]	S _y [MPa]	Résistance au choc Izod avec entaille [J/m]	Dureté Shore D
TECHNIQUES	ABS	1,05	0,33	2,1	33	37,5	45	105	80
	PMMA	1,18	0,25	10,4	70	4,5	30	70	65
	PA 6 (sec)	1,13	1,60	2,9	80	50	82	50	80
	PC	1,2	0,35	2,4	72	120	63	>800	88
	POM	1,42	0,30	3,2	59	50	73	88	84
A HAUTE PERFORMANCE	PVDF	1,78	0,04	2,0	45	300	58	200	80
	PTFE	2,16	<0,01	0,8	33	350		425	55
	PSU	1,24	0,30	2,5	75	75	71	69	93

FIGURE I.3 – Propriétés mécaniques et physico-chimiques des principaux thermoplastiques techniques et à hautes performances à 23°C (tiré de [Biron, 2013]).

sont comprises entre 28000 g/mol (Delrin 1 700) et 58000 g/mol (Delrin 100). En 1963, les allemands mettent au point le PolyOxyMéthylène sous sa deuxième forme copolymère, l'Hos-taform®, qui sera commercialisé en 1962. Sous cette forme, un comonomère, essentiellement de l'oxyde d'éthylène (ou 1,3-dioxolane) est introduit entre les motifs –CH₂–O– du PolyOxyMé-thylène sous sa forme homopolymère (cf. formule générale du comonomère sur la figure I.4). Les masses molaires M_n associées à la forme copolymère sont du même ordre que celles de la forme homopolymère. Notons que le taux de cristallinité des copolymères est un peu moins élevée, mais que la stabilité thermique et chimique est meilleure. La forme homopolymère présente par ailleurs des caractéristiques mécaniques légèrement supérieures. On peut notamment rappeler que le module de Young, qui dépend du taux de cristallinité, varie entre 2900 et 3600 MPa pour les homopolymères tandis que les copolymères sont un peu moins rigides (2800 < E [MPa] < 3250). On rappelle également que les copolymères présentent une absorption d'eau en pourcentage de masse (0,2-0,22) inférieure à celle des homopolymères (0,25-0,4) et sont par conséquent beaucoup plus adaptés à une utilisation continue en contact avec l'eau.



(a) : homopolymère



(b) : comonomère

FIGURE I.4 – (a) : Formule générale du PolyOxyMéthylène sous sa forme homopolymère (tiré de [Desbonnet, 2006]) ; (b) : Formule générale du comonomère introduit entre les motifs $-\text{CH}_2-\text{O}-$ du PolyOxyMéthylène sous sa forme homopolymère pour former le PolyOxyMéthylène sous sa forme copolymère (tiré de [Desbonnet, 2006]).

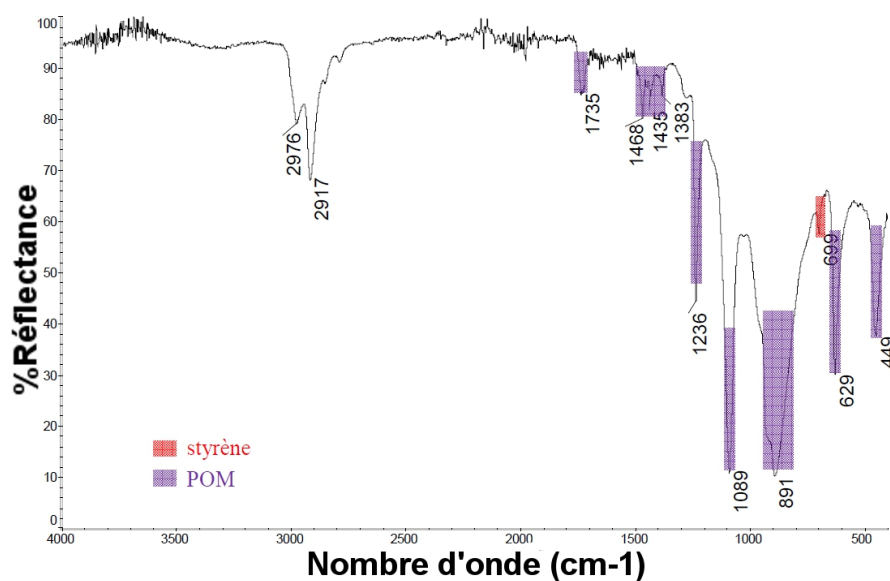
B Caractérisation physico-chimique

B.I Composition chimique du matériau

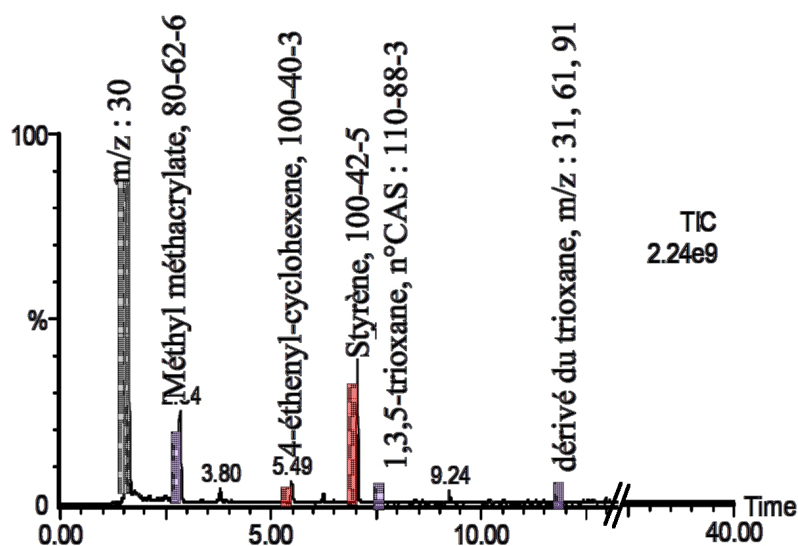
La caractérisation physico-chimique du matériau débute par l'analyse de sa composition chimique, analyse que l'on choisit de réaliser en utilisant deux techniques expérimentales que sont la spectroscopie infrarouge ainsi que la pyrolyse en couplage CG/SM (Chromatographie en phase gazeuse/spectrométrie de masse). Notons avant de présenter les résultats des analyses que les principes généraux de ces deux techniques peuvent être consultées aux annexes A.1 et A.2. Les analyses ont par ailleurs été effectuées au sein du service PMXP (Peinture Matériaux et Procédés) du groupe PSA Peugeot Citroën. Ainsi on peut voir sur la figure I.5(a) que le spectre infrarouge obtenu révèle la présence du composé organique styrène, présence qui est confirmée par la pyrolyse (cf. chromatogramme de la figure I.5(b)). Rappelons que le grade de POM étudié au cours de cette thèse est un polyacétal faisant partie de la gamme de copolymères acétal proposée par la société Ticona Engineering Polymers du groupe Celanese dont la marque déposée est «Hostaform®polyoxyméthylène». Notons qu'il s'agit précisément du grade «Hostaform®S9243» dont les propriétés d'impact sont améliorées grâce à l'introduction de nodules d'élastomères dans la composition du matériau. Ainsi la présence de styrène indique qu'il s'agit de nodules de SBR (Styrène-Butadiène Rubber).

B.II Taux de cristallinité

La démarche employée pour la mesure du taux de cristallinité consiste dans un premier temps à prélever un échantillon de matière au sein de la pièce industrielle (insert de fixation) afin de mesurer par D.S.C-T.M (calorimétrie différentielle à température modulée) la température de fusion ainsi que la température de transition vitreuse. Le lecteur intéressé par le principe général de la D.S.C classique comparé ensuite à la D.S.C-T.M peut se référer à l'annexe A.3. Précisons que la position de prélèvement de l'échantillon de matière est choisie ici de façon arbitraire sur



(a)



(b)

FIGURE I.5 – (a) : Spectre obtenu par analyse infrarouge sur le POM ; (b) : Chromatogramme obtenu par pyrolyse CG/SM (Chromatographie en phase gazeuse/spectrométrie de masse) sur le POM.

la pièce industrielle. Notons en effet qu'une étude de la variation du taux de cristallinité dans l'épaisseur de la pièce aurait pu être menée de façon à confronter les résultats aux observations microstructurales présentées au cours du prochain paragraphe. On a finalement décidé de ne pas tenir compte de la dépendance de ce taux vis-à-vis de l'effet cœur-peau observé étant donné que l'opération de prélèvement des échantillons, notamment dans la couche de peau dont on verra que l'épaisseur est inférieure à 100 μm , aurait été particulièrement délicate. De plus, notons que la masse de ces échantillons aurait été très faible posant ainsi vraisemblablement un problème

de compatibilité vis-à-vis de la masse minimale généralement recommandée pour une analyse DSC à savoir 10 mg. Une fois le prélèvement effectué on détermine la température de fusion du matériau. Ainsi, le graphe de la figure I.6 correspond au flux de chaleur en fonction de la température, obtenu pour une vitesse de chauffage imposée de 10°C/min. On voit premièrement que la température de fusion du matériau s'élève à environ 165°C, ce qui est cohérent par rapport aux données fournies par le fabricant [Desbonnet, 2006] qui indique 166°C.

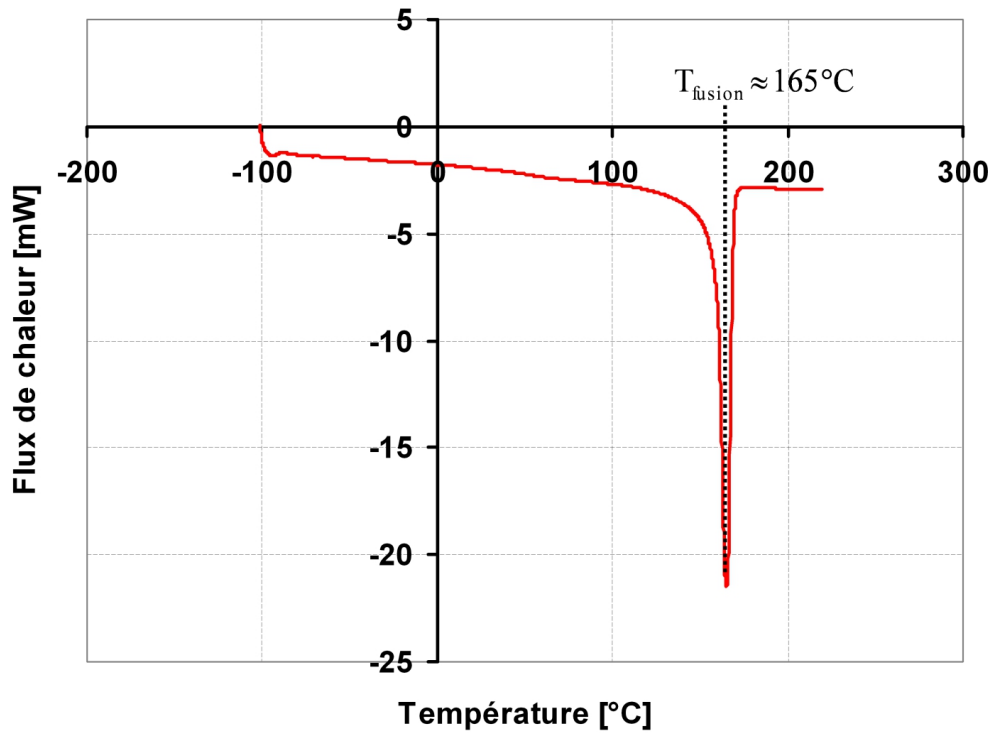


FIGURE I.6 – Flux de chaleur en fonction de la température, obtenu pour une vitesse de chauffage imposée de 10°C/min.

Connaissant l'aire de la surface du pic de fusion, le taux de cristallinité du polymère peut être calculé grâce à la relation suivante :

$$\kappa = \frac{\Delta H_{fus}^{\kappa=1}}{\Delta H_{fus}} \quad (\text{I.1})$$

Où ΔH_{fus} est l'enthalpie de fusion du polymère semi-cristallin et $\Delta H_{fus}^{\kappa=1}$ l'enthalpie de fusion du même polymère, mais qui serait 100% cristallin. A noter que $\Delta H_{fus}^{\kappa=1}$ est une donnée que l'on trouve dans la littérature et que dans le cas du POM celle-ci a été mesurée par Kumar, Neelakantan et Subramanian [Kumar et al., 1995] qui a obtenu 326 J/g. Par ailleurs, ΔH_{fus} correspond à l'intégrale du pic de fusion. Celle-ci est calculée directement par le logiciel d'acquisition de mesure de la machine et a donc été évalué à 131,7 J/g. Ainsi, on obtient grâce à cette technique un taux de cristallinité d'environ 40%. Notons que Bastard [Bastard, 2006]

obtient par DSC un taux d'environ 63% sur un POM stabilisé Delrin 100.

B.III Température de transition vitreuse

Notons d'ores et déjà que la température de transition vitreuse (T_g) s'obtient généralement par DSC. Cependant, dans le cas du POM il s'est avéré que celle-ci était imperceptible sur les mesures obtenues d'où la conduite d'essais en D.M.T.A, autre technique expérimentale permettant notamment de mesurer la T_g . A noter que le principe général de cette technique est consultable à l'annexe A.4. Avant de présenter les résultats obtenus, rappelons tout d'abord que la pièce industrielle sur laquelle s'appuie l'ensemble de l'étude correspond à un insert de fixation moulé par injection à partir d'un grade de PolyOxyMéthylène (POM) amélioré en choc par des nodules d'élastomère. Comme on peut le voir sur la figure I.7, la partie de la pièce correspondant au bossage (encadrée en pointillés rouges) présente une géométrie tubulaire dont le diamètre intérieur est constant ($\Phi_{int} = 3,5$ mm) en raison de l'absence de dépouille sur le moule d'injection. Notons que l'échantillon utilisé lors de ces essais, que l'on peut voir dans son contexte expérimental sur la figure I.8, correspond bien au bossage extrait de la pièce industrielle par usinage conventionnel.

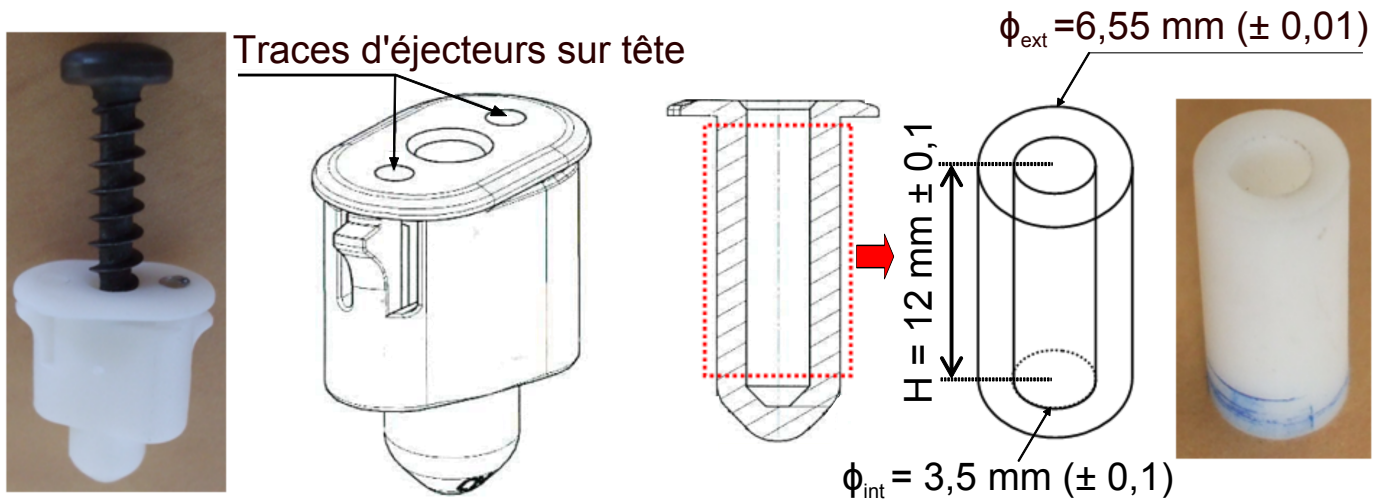


FIGURE I.7 – Mise en évidence de l'insert de fixation en POM (pièce industrielle de référence) et du bossage tubulaire extrait de la pièce à partir duquel les expériences sont effectuées.

Ainsi on impose à l'échantillon un déplacement sinusoïdal d'amplitude $2 \mu\text{m}$ à la fréquence de 5 Hz (cf. figure I.9(a)). A noter que les surfaces de l'échantillon ne sont pas collées aux supports afin d'éviter que le matériau de la colle vienne perturber les mesures. Ainsi, afin de diminuer au maximum les vibrations de l'éprouvette pendant la durée du test, on considère un pré-chargement de maintien à savoir un déplacement statique imposé de $5 \mu\text{m}$. On considère par ailleurs un cycle thermique comme indiqué sur la figure I.9(a) c'est à dire tout d'abord un

refroidissement de l'échantillon jusqu'à -100°C à l'azote liquide puis une vitesse de chauffage de $3^{\circ}\text{C}/\text{min}$.



FIGURE I.8 – Mise en évidence de l'échantillon dans son contexte expérimental lors des essais en D.M.T.A..

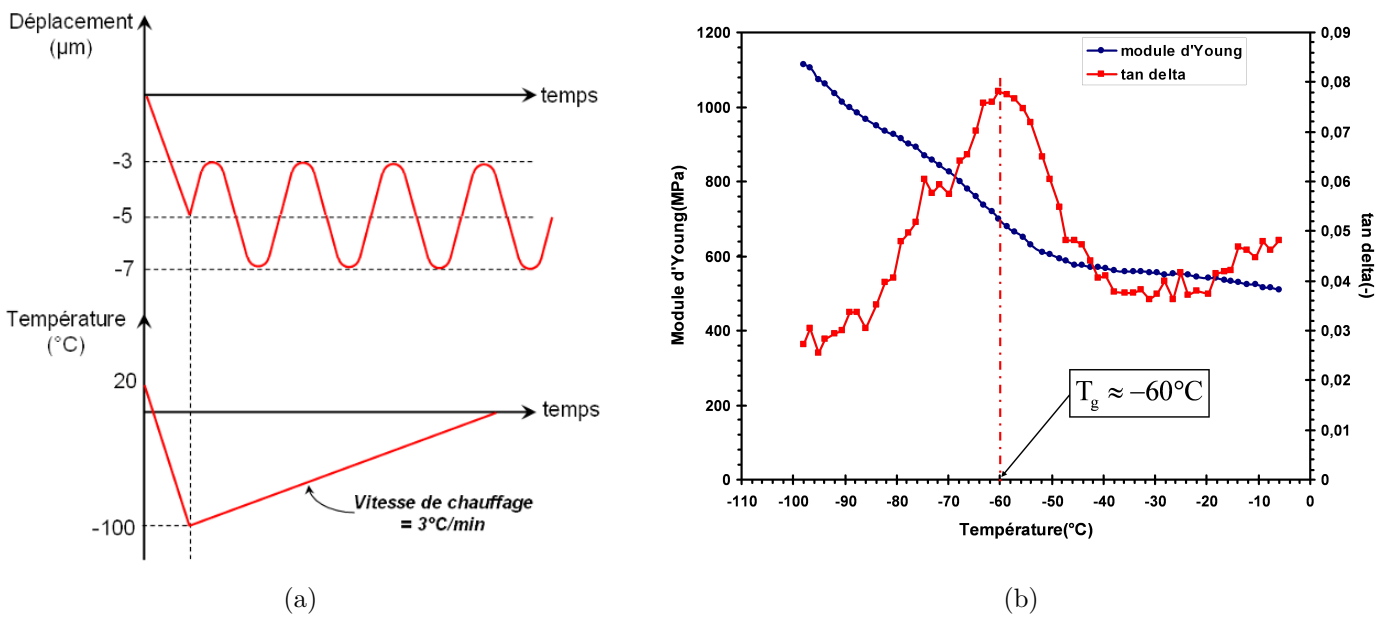


FIGURE I.9 – (a) : Consignes imposées lors des essais en D.M.T.A ; (b) : Module de Young et facteur d'amortissement en fonction de la température.

On obtient finalement grâce à cette démarche une température de transition vitreuse de l'ordre de -60°C , valeur déterminée en traçant le coefficient d'amortissement en fonction de la température (cf. figure I.9(b)). A noter que le constructeur Ticona indique une température de transition vitreuse comprise entre -60°C et -65°C [Ticona, 2006].

C Hétérogénéité microstructurale dans l'épaisseur d'une pièce industrielle

Afin de mettre en exergue la microstructure sphérolitique dans l'épaisseur du bossage de la pièce industrielle on a recours à un microtome, appartenant au Centre des Matériaux de l'E.N.S.M.P, capable de découper des couches de matériau d'environ $1\text{ }\mu\text{m}$ pour que la microstructure puisse être révélée au microscope optique en mode transmission et en utilisant une lumière polarisée ainsi qu'un analyseur croisé. Ces couches minces sont ainsi prélevées selon le plan de coupe indiqué sur la figure I.10 c'est à dire parallèle à la direction d'injection dans le sens longitudinal de la pièce. Comme on peut le voir sur la figure, cette technique permet de révéler la microstructure sphérolitique dans l'épaisseur de la pièce.

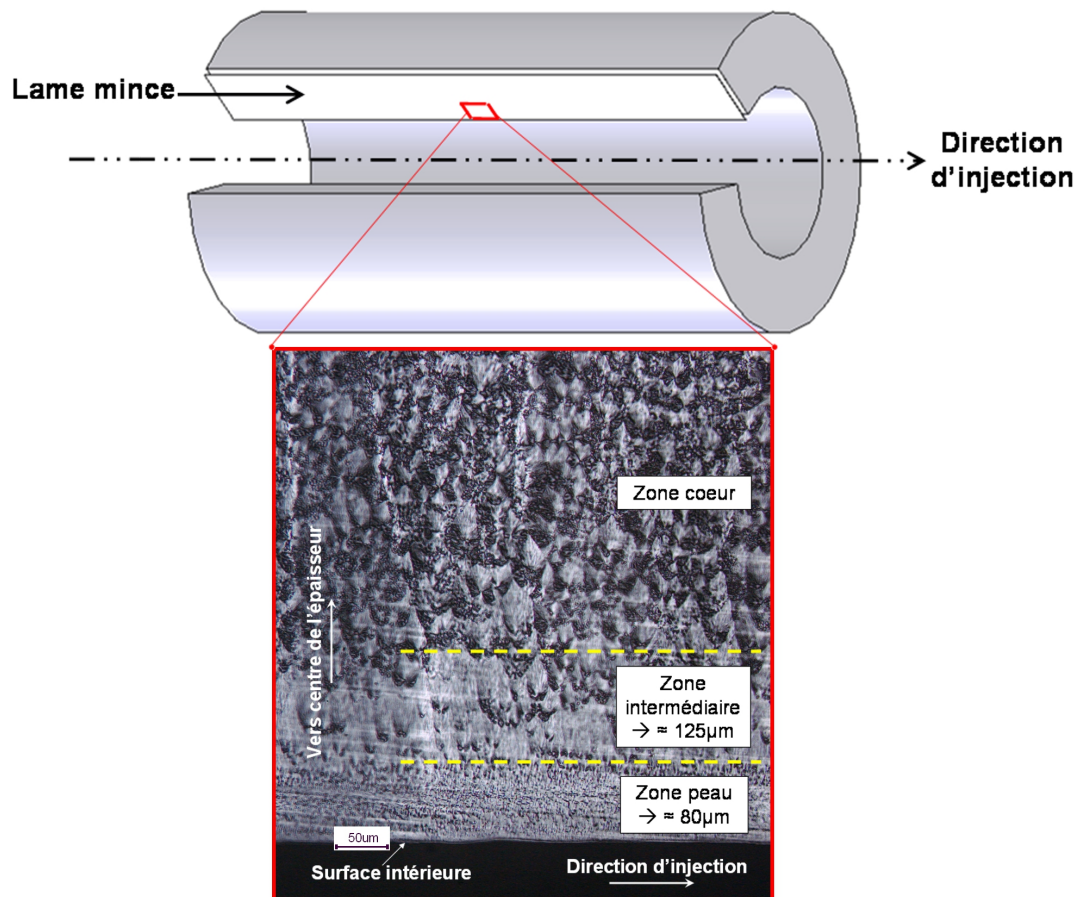


FIGURE I.10 – Décomposition du gradient microstructural observé sur une lame mince de $1\text{ }\mu\text{m}$ d'épaisseur prélevée dans le sens longitudinal de la pièce industrielle (microscope optique avec lumière polarisée et analyseur croisé en mode transmission).

On constate ainsi la présence d'un gradient microstructural marqué, similaire à celui observé également sur du POM par Chu [Chu, 2009], que l'on choisit de décomposer selon trois couches. On qualifie la première couche (cf. figure I.11(a)) comme étant celle de peau au sein de laquelle les

sphérolites semblent présenter une morphologie isotrope. En ce qui concerne la taille moyenne de ces sphérolites, leurs contours n'apparaissant pas clairement sur les images celle-ci n'a pas pu être mesurée précisément. On est cependant en mesure de dire que cette taille est inférieure à $10\text{ }\mu\text{m}$. La deuxième couche, que l'on nomme «couche intermédiaire» (cf. figure I.11(b) présente des sphérolites dont on estime la taille moyenne à environ $25\text{ }\mu\text{m}$. Finalement on distingue une troisième couche (cf. figure I.11(c), à savoir celle de cœur, dont la taille moyenne des sphérolites se situe aux alentours de $70\text{ }\mu\text{m}$. Outre l'écart élevé en termes de tailles de sphérolites que l'on peut voir entre les trois couches, on constate également des différences de morphologies importantes, notamment entre la couche intermédiaire et de cœur. Ainsi on peut voir sur la figure I.11(b) que les sphérolites présentent dans cette couche une forme allongée dans la direction perpendiculaire à celle d'injection.

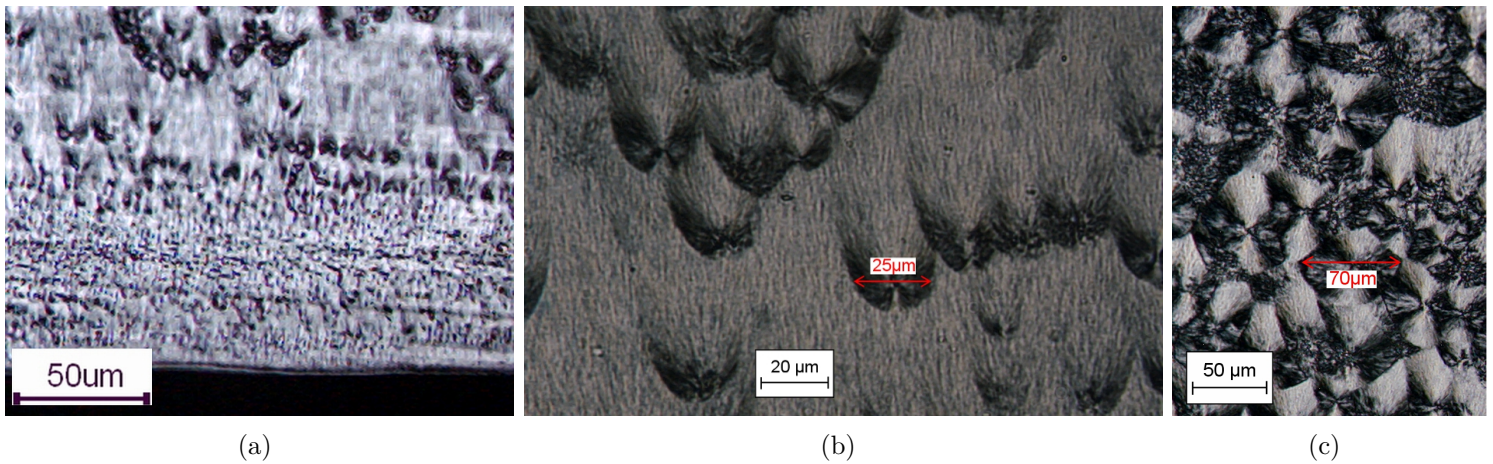


FIGURE I.11 – (a) : Morphologie des sphérolites dans la couche de peau;(b) : Morphologie et taille des sphérolites dans la couche intermédiaire; (c) : Morphologie et taille des sphérolites dans la couche de cœur.

Pethrick [Pethrick, 1990] a étudié la microstructure sphérolitique du POM à partir de pièces moulées par injection. L'auteur surnomme notamment ces sphérolites allongées «comète» (cf. figure I.12) et explique leur morphologie particulière par le fait que lors de la phase de refroidissement le taux de nucléation chute brutalement à mesure que la température augmente de l'extérieur vers l'intérieur de la pièce. Ceci conduit à une croissance plus importante du côté du noyau du sphérolite où la température est plus élevée c'est à dire le plus proche du centre de l'épaisseur.

Rappelons aussi que Clark [Clark, 1967], cité par Voyelle [Voyelle, 2009], a également étudié la microstructure du POM à partir de lames minces prélevées sur des plaques moulées par injection. Il met ainsi en évidence par microscopie optique à polarisation les trois zones caractéristiques décrites précédemment (cf. figure I.13). La première est la zone de surface où les lamelles cristallines sont perpendiculaires à la surface et à la direction d'injection. La deuxième est une zone intermédiaire où les lamelles cristallines sont seulement perpendiculaires

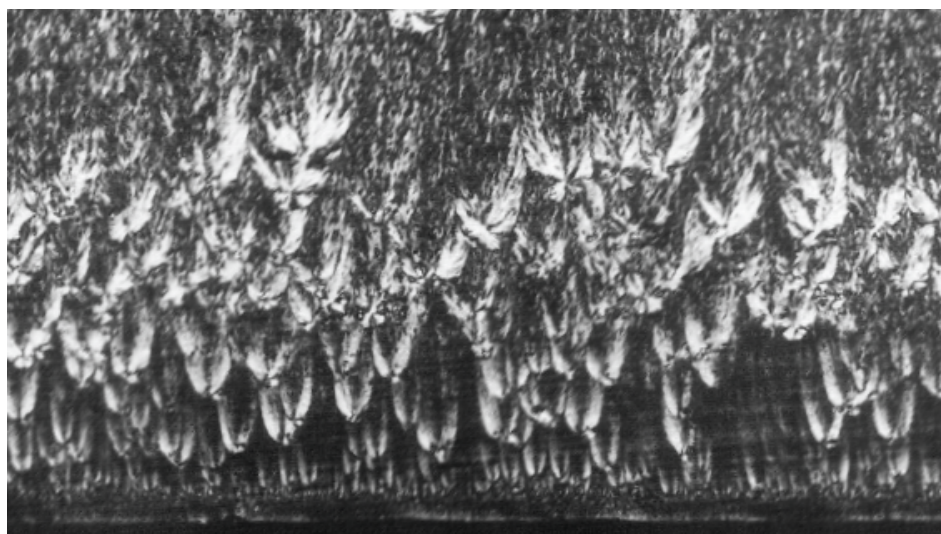


FIGURE I.12 – Mise en évidence des sphérolites de type «comet» sur une pièce en POM moulée par injection et observées au microscope optique à partir de lames minces en polarisation croisée [Pethrick, 1990].

à la surface. Notons que dans cette couche des sphérolites «comètes» se forment. Finalement l’auteur décrit une troisième zone centrale où les lamelles ne présentent plus aucune orientation privilégiée.

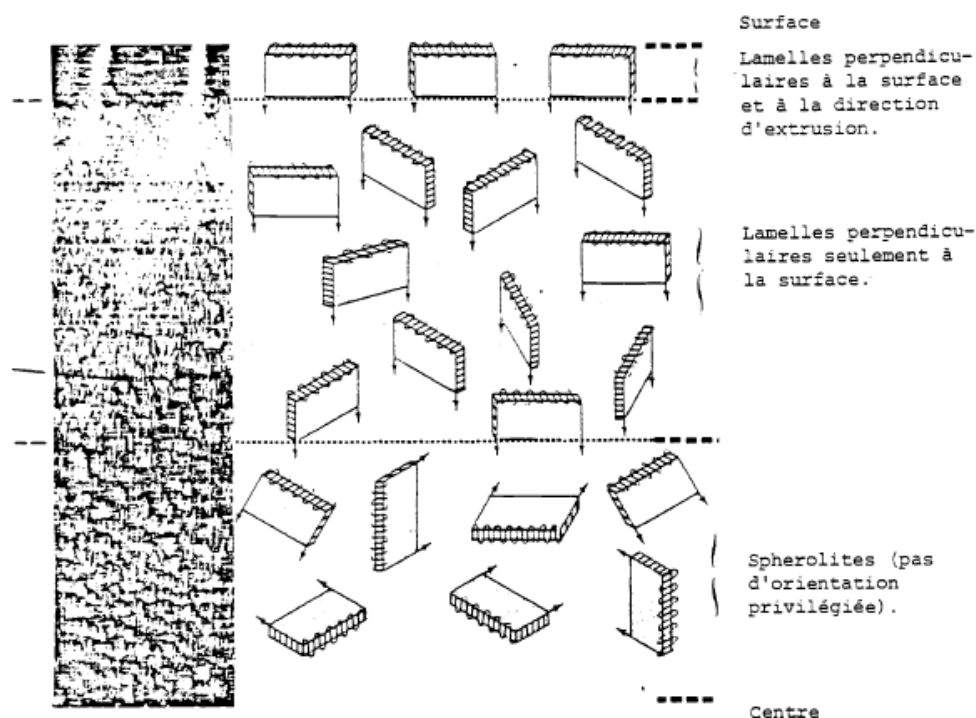


FIGURE I.13 – Morphologies cristallines dans une éprouvette injectée en POM (d’après Clark [Clark, 1967] cité par Voyelle [Voyelle, 2009]).

Afin d'avoir un aperçu de l'état de la matière après l'opération de vissage, on choisit d'achever ce paragraphe en visualisant l'environnement microstructural autour du taraudage. Pour y parvenir, on découpe, selon la même direction que précédemment (plan parallèle à la direction d'injection), une lame mince sur la pièce industrielle taraudée avec une vis auto-taraudeuse standard. La surface intérieure de la partie tubulaire de la pièce industrielle est ainsi indentée sur une profondeur théorique de $500\text{ }\mu\text{m}$ (rayon d'une vis auto-taraudeuse standard-rayon intérieur du bossage= $(4,5-3,5)/2=0,5\text{ mm}$). Ainsi, l'image de la figure I.14 permet de prendre davantage conscience de l'échelle du problème de mécanique à traiter, et de ce fait des approximations qui sont faites dans le cas où le milieu est considéré comme étant continu.

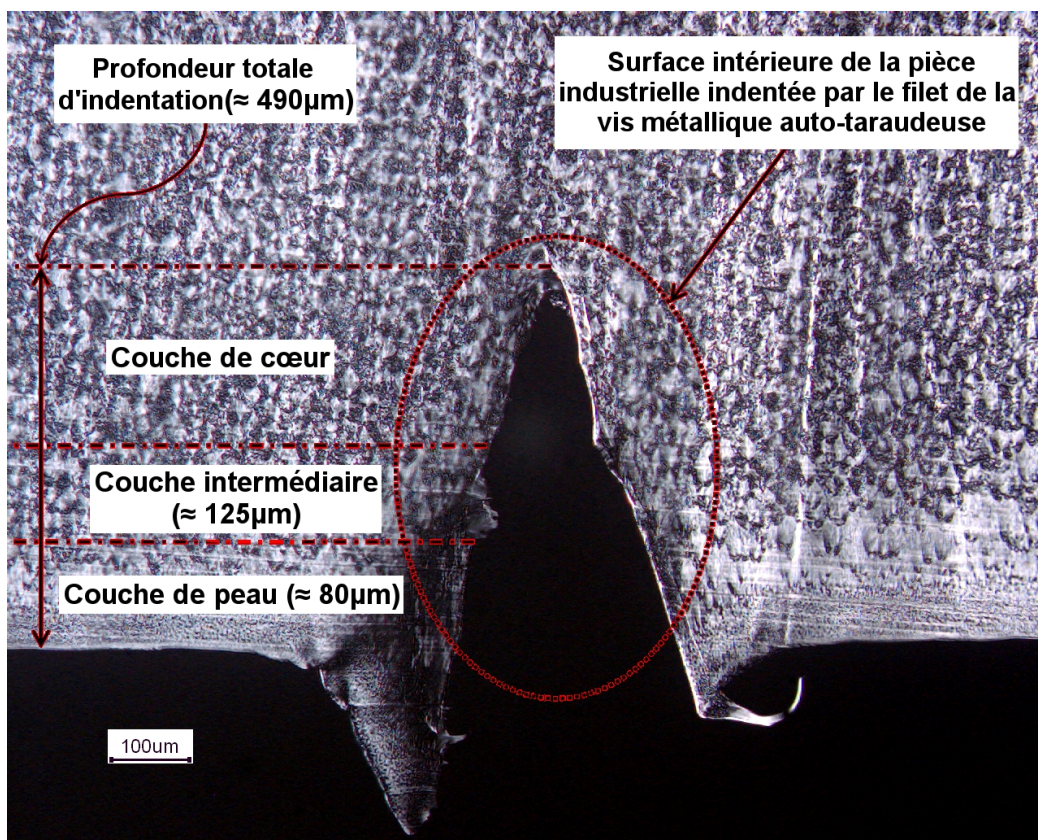


FIGURE I.14 – Observation de la zone déformée par le filet d'une vis métallique auto-taraudeuse standard dans son environnement microstructural.

D'un point de vue chronologique on voit que le filet commence par indenter les deux premières couches externes avant de finir sa course dans la couche de cœur. On mesure ainsi à partir de la figure I.14 une profondeur totale d'indentation d'environ $490\text{ }\mu\text{m}$ tandis que l'épaisseur cumulée des deux premières couches(peau et intermédiaire) représente environ $205\text{ }\mu\text{m}$ soit à peu près 42% de la profondeur totale.

Après avoir montré une assez forte hétérogénéité de la microstructure au voisinage de la surface intérieure de la pièce on souhaite désormais savoir si celle-ci se traduit par une hétérogénéité significative en termes de propriétés mécaniques et plus précisément de module de

Young.

D Évolution du module de Young dans l'épaisseur par essais de nano-indentation

Afin de conduire cette analyse, des essais de nano-indentation instrumentés sont effectués au LIMATB (Laboratoire d'Ingénierie des Matériaux de Bretagne) de l'UBS (Université de Bretagne Sud) de Lorient. Notons que le principe expérimental de ce type d'essai est de mesurer l'effort engendré par la pénétration d'un indenteur généralement Berkovitch dans le matériau que l'on souhaite analyser. Il est ainsi possible grâce à cette technique d'obtenir localement une courbe de l'évolution de la force en fonction de la profondeur de pénétration de l'indenteur, courbe reflétant ainsi le comportement mécanique du matériau en un point donné. Afin d'obtenir plus de détails sur le principe expérimental de cette technique, on propose de se référer à l'annexe A.5. Ainsi, on choisit de réaliser trois séries de pointés sur une surface parallèle à la direction d'injection de la pièce, profils dont les caractéristiques sont indiqués sur la figure I.15. Notons que les premiers pointés sont effectués à une distance d'environ $5\text{ }\mu\text{m}$ du bord et que la surface indentée est préalablement polie après avoir enrobée la pièce dans de la résine époxy. On précise par ailleurs que la profondeur d'indentation est fixée à $1\text{ }\mu\text{m}$, que la vitesse de pénétration imposée est de 10 nm/s et que chaque empreinte s'inscrit dans un carré d'environ $5\text{ }\mu\text{m}$.

On rappelle que Chu [Chu, 2009] a également effectué des essais de nano-indentation instrumentés dans l'épaisseur d'éprouvettes à section rectangulaire injectées en POM. On peut voir sur le graphe de la figure I.16(b) quelques résultats obtenus sur une section transversale normale à la direction d'injection de l'une des éprouvettes en POM. Ainsi les courbes indiquent tout d'abord que les allures de la dureté et du module de Young sont similaires. Celles-ci montrent également que les propriétés mécaniques près du bord gauche diminuent dans les premières couches. Les propriétés augmentent ensuite puis varient peu dans la couche «Spherulitic Core» (cf. figure I.16(b)). Finalement près du bord droit, les propriétés commencent par augmenter dans les premières couches puis diminuent pour ensuite ré-augmenter légèrement. L'auteur indique que les premières valeurs qu'il obtient dans la couche de peau près du bord droit sont anormalement faibles dû à une crevasse, formée au moment du polissage à l'endroit où la mesure est effectuée. Il mentionne également le fait que les variations des propriétés mécaniques mesurées à cette échelle locale peuvent être causées par des différences d'orientation des lamelles cristallines [Clark, 1974].

Ainsi on peut voir sur le graphe de la figure I.16(a) l'évolution du module de Young obtenue en fonction de la distance de la surface. Notons que chaque point expérimental correspond à la moyenne des trois pointés se situant à la même distance du bord. Ainsi on constate que le

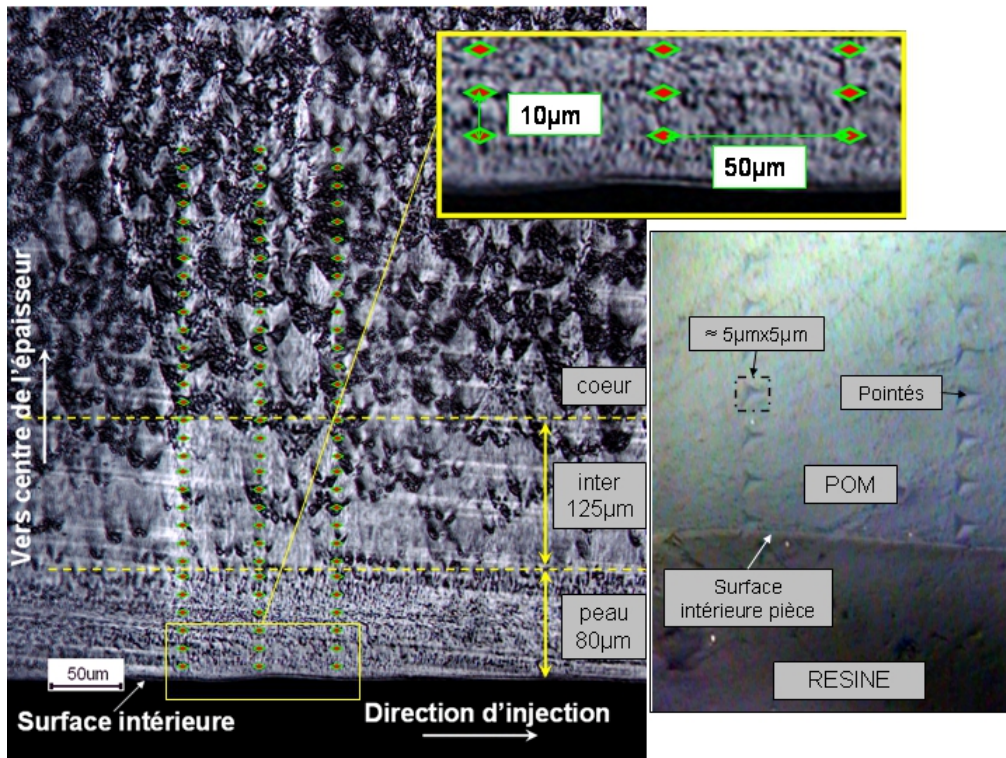


FIGURE I.15 – Caractéristiques des profils de nano-indentation effectués sur une coupe longitudinale polie de la pièce industrielle et dans la direction perpendiculaire à la direction d'injection ; Photo en bas à droite de la figure indiquant les premiers pointés effectués dans la couche de peau.

module de Young est minimum près de la surface intérieure dans la couche de peau puis que celui-ci augmente jusqu'à environ 95 mm de la surface près de l'interface entre la couche de peau et la couche intermédiaire. Sur cette partie de la courbe le module oscille entre 2,5 GPa et 2,88 GPa soit un écart relatif d'environ $(2,88-2,5)/2,88 \approx 13\%$.

En revanche, Chu avait constaté une diminution du module dans la première couche de peau (couche «skin» sur l'image de la figure I.16(b)), celui-ci passant d'une valeur d'environ 3,5 GPa à 3 GPa soit un écart relatif d'à peu près 14%. A environ 95 mm de la surface le module chute jusqu'à environ 135 mm du bord correspondant quasiment au milieu de la couche intermédiaire puis repart à la hausse continument jusque dans la couche de cœur pour atteindre une valeur proche de 3,1 GPa. On estime ainsi que l'écart relatif entre la couche de peau et la couche de cœur est d'environ $(3,1-2,5)/3,1 \approx 19\%$. Notons que lorsque l'on compare à nouveau les résultats obtenus avec ceux de Chu on voit que l'auteur constate lui aussi un changement de pente à peu près dans la même zone c'est à dire proche du milieu de la couche dite «oblate» dont la morphologie est similaire à celle de la couche intermédiaire. Finalement, les valeurs de module obtenues par l'auteur oscillent entre 3,5 GPa et 2,5 GPa ce qui représente un écart relatif de $(3,5-2,5)/3,1 \approx 28\%$ soit légèrement supérieur à celui mesuré dans le cadre de cette

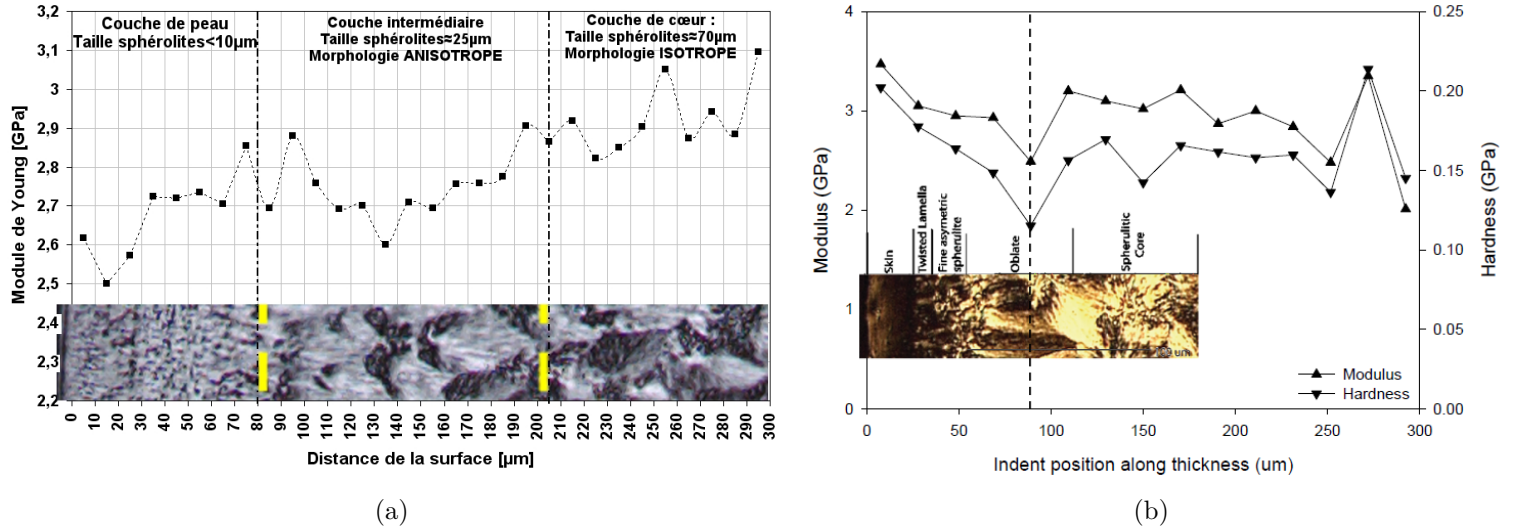


FIGURE I.16 – (a) : Superposition de la distribution radiale du module de Young (direction transversale) et de la morphologie de la microstructure sphérolitique; (b) : Superposition de la distribution du comportement mécanique (module de Young; dureté) et de la morphologie de la microstructure sphérolitique sur une section transversale normale à la direction d'injection d'une éprouvette injectée en POM à section rectangulaire (d'après Chu [Chu, 2009]).

étude.

Rappelons que d'autres auteurs ont également étudié la distribution du module de Young dans l'épaisseur d'une pièce moulée par injection. Kamal, Musa et Moy [Kamal et al., 1981] ont notamment étudié la distribution du module de Young dans l'épaisseur d'une pièce en polyéthylène. La démarche employée était de mesurer à différents endroits d'une section de la pièce la vitesse de propagation du son dans le matériau, en utilisant un testeur de coefficient dynamique. Notons que chaque mesure était réalisée à partir d'une lame mince de 40 μm d'épaisseur découpée au microtome. La densité de chaque échantillon était ensuite mesurée de façon à pouvoir finalement calculer le module de Young à partir de la relation (I.2) :

$$E = \rho_s \cdot c^2 \quad (I.2)$$

E [GPa] étant le module de Young, ρ_s [g/cm³] la densité de l'échantillon et c [Km/s] la vitesse de propagation du son dans le matériau. Ces auteurs ont constaté que le module de Young du matériau est maximum près de la surface (environ 2,5 GPa), diminue vers un minimum (environ 1,2 GPa), puis augmente ensuite pour atteindre une valeur quasi constante d'environ 1,7 GPa jusqu'au centre de l'échantillon (cf. figure I.17). Ils ont par ailleurs obtenu la même tendance quelle que soit la forme du point d'injection. Notons que cette évolution du module de Young est similaire à celle obtenue par Chu.

Afin d'étudier l'influence du taux de cristallinité sur le module de Young, Parenteau et al. [Parenteau et al., 2008] ont fait subir à du polypropylène des recuits à 90°C pendant 5 heures

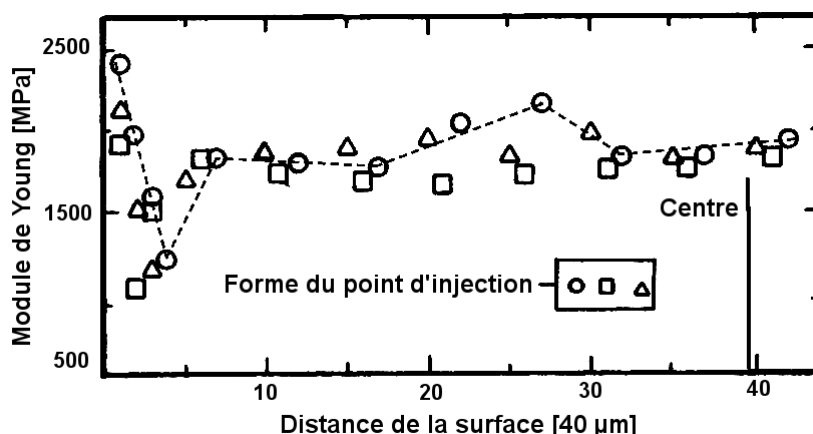


FIGURE I.17 – Module de Young en fonction de la distance de la surface [Kamal et al., 1981].

et à 150°C pendant 1 heure permettant d'obtenir deux matériaux présentant respectivement des taux de cristallinité de 50% et 60%, mesurés par calorimétrie différentielle (D.S.C). Ils ont ensuite déterminé leur module de Young respectif en effectuant des essais d'indentation instrumentés et ont obtenu 2 GPa et 2,65 GPa. Une augmentation de 20% du pourcentage de cristallinité a donc engendré pour ce matériau une augmentation d'environ 32% du module de Young.

Il semble par ailleurs important de rappeler que les évolutions d'autres propriétés mécaniques tels que l'allongement à la rupture, la biréfringence, la résilience ou bien encore la limite d'élasticité ont également été étudiées par plusieurs auteurs. Tout d'abord, Kamal et al. [Kamal et al., 1981] ont réalisé des essais mécaniques sur des lames minces en polyéthylène de 40 µm d'épaisseur, découpées au microtome et prélevées à différents endroits dans l'épaisseur d'une pièce injectée. Ces auteurs ont montré que l'allongement à la rupture (cf. figure I.18) présentait un maximum près de la surface et que la limite d'élasticité tendait à augmenter progressivement de la surface vers le centre de la pièce.

Fleischmann [Fleischmann, 1989] a par ailleurs étudié les variations de propriétés mécaniques dans l'épaisseur de plaques injectées avec un polypropylène isotactique Daplen™ KS 10. Il a mesuré la déformation à la rupture en fonction de la distance par rapport à la surface libre, de la distance par rapport au point d'injection et de l'orientation par rapport à la direction d'injection (directions parallèle et perpendiculaire). Les mesures ont été obtenues en effectuant des essais de traction monotone à différentes vitesses de sollicitation sur des lames minces de 40 µm d'épaisseur, découpées au microtome dans des plaques injectées à différentes vitesses et différentes températures de refroidissement et d'injection. Précisons que seuls les résultats obtenus à partir d'une plaque injectée à la vitesse de 800 mm/s, à la température de moulage de 200°C et refroidie à 20°C sont présentés au cours de ce paragraphe. Ainsi tout comme Kamal et al., Fleischmann obtient une augmentation très marquée de la déformation à la rupture de

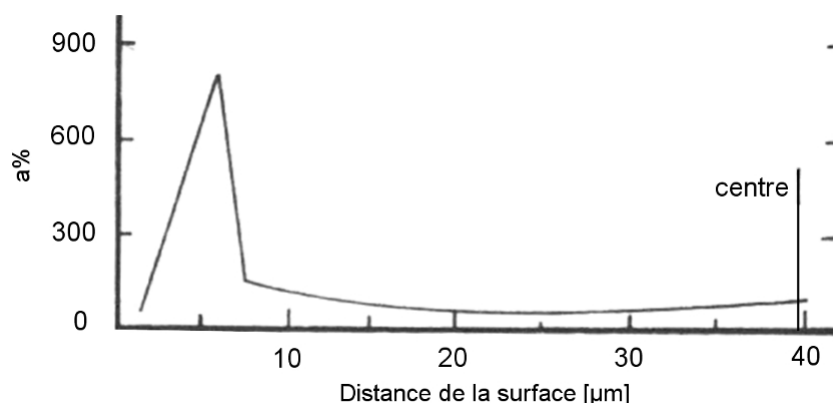


FIGURE I.18 – Allongement à la rupture en fonction de la distance à la surface sur une pièce en polyéthylène [Kamal et al., 1981].

la couche de peau en direction de celle de cœur, et ce, quelle que soit la distance par rapport au point d'injection ainsi que l'orientation par rapport à la direction d'injection. Néanmoins, à la différence de Kamal, qui constatait une chute brutale de la déformation à la rupture après la première phase de hausse, Fleischmann mesure dans la plupart des cas de figure plutôt une stabilisation de la valeur de cette propriété. Notons néanmoins que l'auteur mesure une tendance baissière assez marquée après la première phase de hausse dans les cas correspondant à la direction perpendiculaire aux distances 70 mm et 20 mm du point d'injection (graphe central et bas de la figure I.19(c)), tendance qui pour ces deux cas s'apparente davantage à celle obtenue par Kamal. Le graphe de la figure I.19(b) montre par ailleurs que l'épaisseur de la couche de peau, sur la plaque injectée avec les paramètres 200/20/800, décroît avec la distance au point d'injection. Celle-ci présente une épaisseur d'environ 0,22 mm lorsque l'on se place à 70 mm du point d'injection. On constate qu'à cette distance et dans le sens parallèle à la direction d'injection (graphe central de la figure I.19(a)) la déformation à la rupture commence à augmenter rapidement au sortir de la couche de peau, passant d'une valeur d'environ 100% à 700% en l'espace de seulement 0,1 mm d'épaisseur. Si l'on se place à présent dans les mêmes conditions de mise en œuvre mais dans le sens perpendiculaire à la direction d'injection (graphe central de la figure I.19(c)) on constate que la courbe de la déformation à la rupture remonte beaucoup plus rapidement. Cela signifie qu'au centre de la couche de peau, à environ 0,1 mm de la surface, la déformation à la rupture dans le sens perpendiculaire est maximum et vaut 900% tandis que dans le sens parallèle elle vaut moins de 100%. Cet écart très important sur la déformation à la rupture induit donc une anisotropie marquée des propriétés mécaniques dans la couche de peau. Cette anisotropie est très probablement liée à une orientation des chaînes macromoléculaires dans la direction d'écoulement, orientation privilégiée qu'indique la valeur élevée de la biréfringence [Darque-Ceretti et al., 2013] dans la couche de peau (graphe central de la figure I.19(a)).

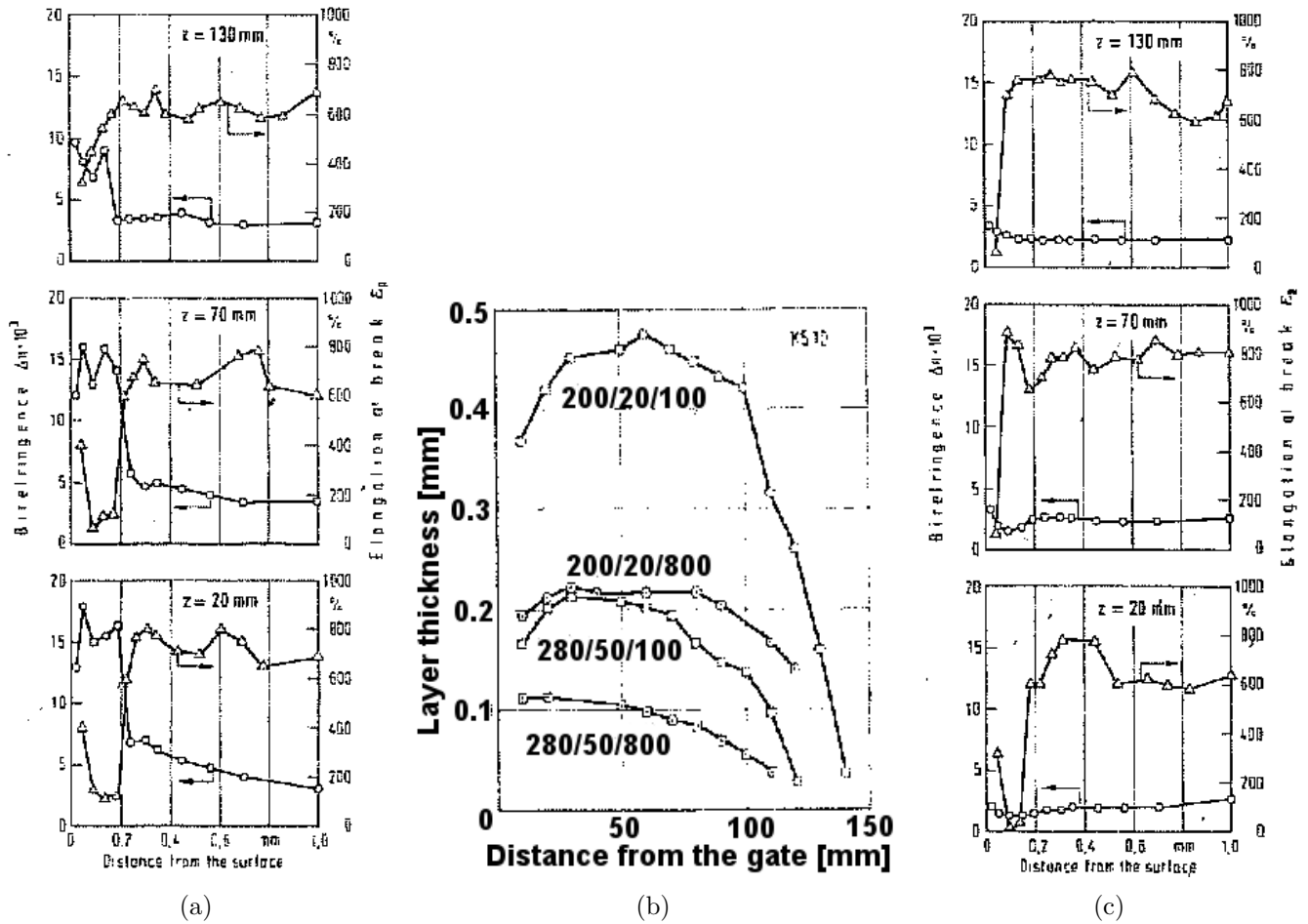


FIGURE I.19 – (a) : Profils de biréfringence et de déformation à la rupture pour un PP-KS 10 dans une direction parallèle à l'injection et à différentes distances z du point d'injection. ($T_m=200^\circ\text{C}/T_w=20^\circ\text{C}/V_f=800\text{mm/s}$); (b) : Épaisseur de la couche de peau en fonction de la distance au point d'injection et pour différentes conditions de mise en œuvre ($T_m/T_w/V_f$). T_m : Température d'injection, T_w : Température de refroidissement imposée, V_f : Vitesse d'injection; (c) : Profils de biréfringence et de déformation à la rupture pour un PP-KS 10 dans une direction perpendiculaire à l'injection et à différentes distances z du point d'injection. ($T_m=200^\circ\text{C}/T_w=20^\circ\text{C}/V_f=800\text{mm/s}$) [Fleischmann, 1989].

Fleissner [Fleissner, 1973] a également réalisé une campagne d'essais de traction sur des feuilles minces prélevées par usinage à différentes profondeurs d'une plaque injectée en polyéthylène basse densité de 1 mm d'épaisseur. Cet auteur a reporté dans un graphe 3D la courbe de la contrainte en fonction de la déformation obtenue pour chaque niveau exploré (cf. figure I.20). Il a été montré au cours de cette étude que les conditions de mise en œuvre de la pièce avaient engendré un gradient de propriétés mécaniques important dans l'épaisseur. Plus précisément, l'auteur a mesuré une plus haute limite d'élasticité ainsi qu'une plus faible déformation à la rupture près de la surface, indiquant de ce fait un comportement plus fragile dans la couche de peau que dans les autres couches. Par ailleurs, ces deux propriétés mécaniques s'inversent à

mesure que l'on se rapproche du centre de la plaque. Rappelons que concernant la déformation à la rupture, Fleissner obtient une tendance similaire à celle mesurée par Fleischmann.

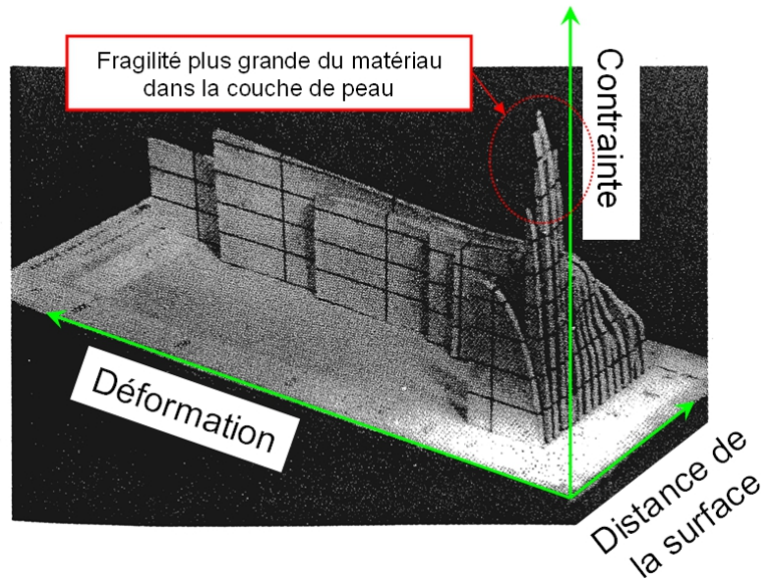


FIGURE I.20 – Courbes contrainte-déformation à différentes profondeurs d'une plaque injectée en polyéthylène basse densité de 1 mm d'épaisseur. Chaque division pour la contrainte équivaut à 10 MPa [Fleissner, 1973]

Hobbs et Pratt [Hobbs & Pratt, 1975] ont par ailleurs réalisé des essais de résilience Izod à différentes températures sur des éprouvettes en polybutylene terephthalate. La particularité de cette étude est que deux types d'entailles ont été comparés, l'une obtenue directement au moment de l'injection de la pièce et l'autre par usinage.

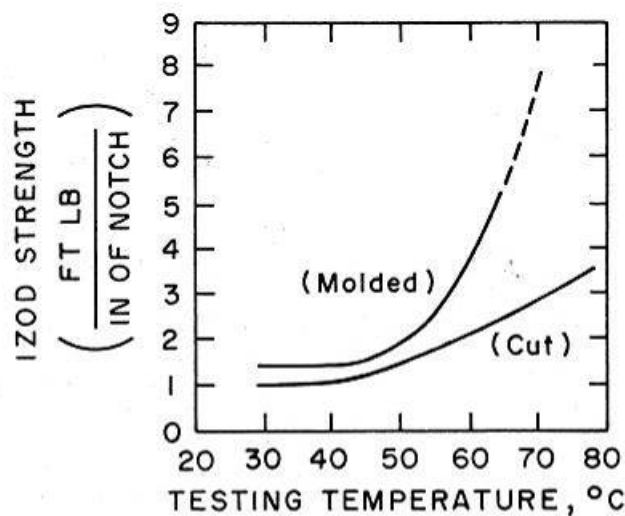


FIGURE I.21 – Comparaison des énergies de rupture en fonction de la température entre une entaille obtenue par injection et une autre par usinage [Hobbs & Pratt, 1975].

On peut donc voir sur la figure I.21 que l'énergie de rupture obtenue pour une entaille moulée par injection augmente beaucoup plus fortement avec la température que pour une entaille usinée. Sachant que l'entaille usinée ne présente à priori plus de couche de peau, ceci implique que cette couche a plutôt tendance à augmenter la valeur de l'énergie à la rupture et donc vraisemblablement la déformation à la rupture. Ainsi ces résultats montrent que la déformation à la rupture est probablement plus élevée dans la couche de peau que dans la couche de cœur. Notons que ne disposant pas d'information quant à la direction de l'entaille par rapport à celle de l'écoulement, il n'est pas possible de comparer ces résultats avec ceux obtenus par Fleischmann. En effet, dans le cas où l'entaille de l'éprouvette Izod est perpendiculaire à la direction d'injection, les résultats qu'obtient Hobbs sont concordants avec ceux de Fleischmann qui mesure dans cette direction une déformation à la rupture maximale au centre de la couche de peau (cf. graphe central de la figure I.19(c)). Dans l'autre cas où l'entaille est implantée parallèlement à la direction d'écoulement les résultats ne vont pas dans le même sens. A noter finalement que ce raisonnement ne tient bien entendu pas compte de l'état de surface en fond d'entaille, d'ailleurs vraisemblablement moins bon sur l'Izod usinée (stries d'usinage), qui est de nature à influencer significativement l'instant d'amorçage de la fissure et donc la valeur de l'énergie à la rupture. Ainsi les essais de nano-indentation instrumentés indiquent une fluctuation relativement importante du module de Young à l'échelle du problème de mécanique associé au procédé de vissage-taraudage. Rappelons en effet que l'épaisseur cumulée des deux premières couches (peau et intermédiaire) représente environ $205\ \mu\text{m}$ soit à peu près 42% de la profondeur total. Sachant que la nano-indentation montre que le module dans la couche de peau est inférieur de 19% à celui dans la couche de cœur, un tel problème de mécanique nécessiterait de considérer cette zone comme une structure multi-couches. Cette démarche impliquerait de modéliser le bossage en le divisant selon trois domaines et en considérant pour chacun d'entre eux un jeu de coefficients matériau spécifique. Il serait alors nécessaire de caractériser le comportement mécanique du matériau que constitue chaque couche. On réalise ainsi la complexité du problème et l'incertitude que représenterait une telle démarche d'autant plus que l'on verra au cours du deuxième chapitre qu'il s'agit en réalité d'un problème de thermo-mécanique impliquant par conséquent une caractérisation du comportement mécanique de chaque couche dans une gamme de températures appropriée. Notons par ailleurs qu'au cours de la phase d'indentation le matériau subit des déformations importantes. Par conséquent cet aspect serait de nature à accroître fortement la complexité de cette stratégie «multi-couches» puisque l'on montrera au cours du troisième chapitre que ces grandes déformations engendrent un endommagement important du matériau, paramètre qu'il serait alors nécessaire de caractériser, et de plus en fonction de la morphologie de la microstructure si la dépendance est établie. On choisit finalement d'opter au cours de cette thèse pour une simplification du problème, en considérant une structure monocouche présentant un comportement moyen, homogène et isotrope. Afin de compenser en partie

la perte de précision induite par cette simplification, il sera montré plus en détails au cours du deuxième chapitre que le comportement du matériau est caractérisé à partir d'éprouvettes de traction prélevées directement sur la pièce industrielle (exploitation de la partie tubulaire). Ainsi comparativement à une autre stratégie d'identification, consistant à injecter séparément des éprouvettes de traction normalisées (par exemple d'après la norme [ASTM D638M, 2010]), celle employée maximise la représentativité des propriétés mécaniques mesurées, moyennant néanmoins une mise en œuvre plus lourde vis-à-vis des précautions à prendre lors des essais de traction (conception d'un mors adapté, système d'extensométrie sans contact, etc).

Conclusion

Cette étude expérimentale menée sur la pièce industrielle a débuté par la caractérisation physico-chimique du matériau que constitue cette pièce, à savoir un grade de POM amélioré en choc par des nodules d'élastomère. La première étape de cette caractérisation consistait à analyser la composition chimique du matériau en employant la spectroscopie infrarouge d'une part et la pyrolyse en couplage CG/SM (Chromatographie en phase gazeuse/spectrométrie de masse) d'autre part. Ces deux techniques expérimentales ont ainsi permis de confirmer que l'élastomère des nodules correspond à un SBR (Styrène-Butadiène Rubber). La caractérisation physico-chimique s'est ensuite poursuivie par la détermination du taux de cristallinité du POM. Ce taux a été estimé à environ 40%, valeur s'appuyant en partie sur la mesure de la température de fusion ($\approx 165^\circ\text{C}$) du matériau par DSC-TM (calorimétrie différentielle à température modulée). Finalement, la température de transition vitreuse du POM ($\approx -60^\circ\text{C}$) a pu être mesurée à partir des résultats d'un essai de D.M.T.A (Dynamic Mechanical Thermal Analysis) conduit sur un échantillon de géométrie tubulaire directement extrait de la pièce industrielle.

Il s'agissait dans un deuxième temps d'analyser l'hétérogénéité de la microstructure sphérolitique dans l'épaisseur de la pièce industrielle. Ainsi, des observations MEB avec lumière polarisée de lames minces découpées dans l'épaisseur de la pièce industrielle grâce à un microtome ont clairement montré une forte hétérogénéité de la microstructure. Ces observations ont notamment permis de révéler l'existence de trois couches principales dans l'épaisseur de la pièce présentant chacune une morphologie bien distincte. La première couche de peau tout d'abord, dont l'épaisseur est de l'ordre de $80\ \mu\text{m}$, est composée de sphérolites de très petites tailles ($<10\ \mu\text{m}$). La deuxième couche «intermédiaire» ensuite, dont l'épaisseur vaut environ $125\ \mu\text{m}$, présente une morphologie anisotrope avec des sphérolites de type «comet» allongées et orientées perpendiculairement à la direction d'injection de la pièce. On estime par ailleurs leur taille moyenne à $25\ \mu\text{m}$. Finalement, la troisième couche de cœur dispose d'une morphologie isotrope avec des sphérolites de l'ordre de $70\ \mu\text{m}$.

Dans un troisième temps, une analyse de l'hétérogénéité du module de Young dans l'épais-

seur de la pièce industrielle, en effectuant des essais de nano-indentation instrumentés, a notamment montré que la raideur du matériau dans la couche de cœur est supérieure d'environ 19% à celle dans la couche de peau, valeur relativement élevée du point de vue de l'échelle du problème de mécanique associé au procédé de vissage-taraudage étudié.

Bibliographie

- [ASTM D638M, 2010] ASTM D638M (2010). Annual Book of ASTM Standards, Test Method for Tensile Properties of Plastics[Metric] 08.01.
- [Bastard, 2006] Bastard, M. (2006). Étude de la durabilité de pièces thermoplastiques. Application au polyoxyméthylène. PhD thesis, École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers.
- [Biron, 2013] Biron, M. (2013). Propriétés des thermoplastiques : Tableaux comparatifs. Number am3306, Editions T.I.
- [Bourmaud & Pimbert, 2008] Bourmaud, A. & Pimbert, S. (2008). Composites part a-applied science and manufacturing 39, 1444–1454.
- [Chu, 2009] Chu, J. (2009). Characterization of the Micro Injection Molding Process and Its Products. PhD thesis, Department of Chemical Engineering McGill University, Montreal, Quebec, Canada.
- [Clark, 1967] Clark, E. (1967). Society of Plastic Engineers Journal , 46–49.
- [Clark, 1974] Clark, E. (1974). Applied Polymer Symposia 24, 45–33.
- [Darque-Ceretti et al., 2013] Darque-Ceretti, E., Felder, E. & Haudin, J. (2013). Étude et analyse des surfaces de polymères. Number am3279, Editions T.I.
- [Desbonnet, 2006] Desbonnet, J. (2006). Matières thermoplastiques : monographies .
- [Fleischmann, 1989] Fleischmann, E. (1989). International polymer processing 4, 158–162.
- [Fleissner, 1973] Fleissner, M. (1973). Kolloid-Zeitschrift und Zeitschrift für Polymere 251, 1006–1014.
- [Gaston, 2009] Gaston, S. (2009). Revue technologique CNDP "Technologie" n°164 .
- [Hobbs & Pratt, 1975] Hobbs, S. & Pratt, C. (1975). Journal of applied polymer science 19, 1701–1722.
- [Kamal et al., 1981] Kamal, M., Musa, R. & Moy, F. (1981). Chemical engineering communications 12, 253–265.
- [Kumar et al., 1995] Kumar, G., Neelakantan, N. & Subramanian, N. (1995). Journal of Materials Science 30, 1480–1486.
- [Parenteau et al., 2008] Parenteau, T., Ausias, G., Mauvoisin, G., Grohens, Y. & Pilvin, P. (2008). Mater. Tech. 96, 95–103.

[Pethrick, 1990] Pethrick, R. (1990). British Polymer Journal 23, 364.

[Ticona, 2006] Ticona (2006). Brochure «Hostaform®Polyoxymethylene Copolymer (POM)», p13.

[Voyelle, 2009] Voyelle, L. (2009). Frottement polyamide 6/6 métal aspects chimiques et structuraux. PhD thesis, École Centrale de Lyon.

Chapitre II

Essais mécaniques

Sommaire

Introduction	38
A Chargement associé au procédé industriel de vissage-taraudage	38
A.I Mesure de l'élévation de la température due à la friction à l'interface métal/polymère	38
A.I.1 Protocole expérimental	38
A.I.2 Analyse approfondie des mesures de température	42
A.II Observations microscopiques au voisinage de la zone taraudée	52
A.II.1 Observations au Microscope Électronique à Balayage (M.E.B)	52
A.II.2 Observations par micro-tomographie X Synchrotron	54
B Essais de traction sur éprouvettes lisses et entaillées	55
B.I Méthodologie de caractérisation	55
B.II Comportement uniaxial : Essais de traction sur éprouvettes lisses.	57
B.II.1 Protocole expérimental	57
B.II.2 Résultats	60
B.III Comportement multiaxial : Essais de traction sur éprouvettes entaillées	61
B.III.1 Mécanique des éprouvettes entaillées	62
B.III.2 Géométrie des éprouvettes	65
B.III.3 Dispositif expérimental	67
B.III.4 Résultats : Effet d'entaille sur le comportement	68
B.III.5 Influence de la température	71
B.III.6 Mise en exergue de la viscosité	72
Bibliographie	74

Introduction

Le travail de caractérisation du comportement mécanique du matériau a pour but d'élaborer une base de données expérimentales qui soit d'une part suffisamment riche pour pouvoir identifier les coefficients du modèle de comportement retenue et d'autre part représentative des conditions de chargement imposées par le procédé industriel. Ainsi la première partie de ce chapitre est consacrée à l'investigation du chargement associé au procédé industriel de vissage-taraudage. Celle-ci vise dans un premier temps à mesurer, grâce à une caméra infrarouge haute résolution, l'élévation de la température superficielle due à la friction au cours de la phase de vissage-taraudage. Dans un deuxième temps, des observations de la microstructure en tomographie synchrotron et MEB sont menées près du fond du taraudage de la pièce industrielle. L'objectif est d'analyser à l'échelle locale l'état du matériau dans la zone déformée par le filet de la vis afin d'identifier plus précisément le type de chargement à prendre en compte lors de la caractérisation. La deuxième partie de ce chapitre a pour but de caractériser le comportement mécanique du matériau. Pour ce faire, des essais de traction monotones sur des éprouvettes tubulaires lisses et entaillées sont conduits à différentes vitesses de sollicitation et dans la gamme de température du procédé. Les essais de traction sur éprouvettes lisses ont pour vocation de déterminer d'une part le coefficient de Poisson du matériau et d'autre part d'estimer le module de Young. Les éprouvettes entaillées permettent quant à elles d'explorer le comportement du matériau lorsque celui-ci est soumis à un chargement multiaxial.

A Chargement associé au procédé industriel de vissage-taraudage

A.I Mesure de l'élévation de la température due à la friction à l'interface métal/polymère

A.I.1 Protocole expérimental

On souhaite estimer expérimentalement la plage de température à considérer dans la campagne de caractérisation. Pour ce faire, on entreprend de reproduire en laboratoire le procédé industriel d'assemblage par vissage-taraudage dans les matières plastiques en adaptant un banc d'essai conçu initialement pour des tests de fatigue en torsion. A partir de cette adaptation il est possible de mesurer en surface l'élévation de la température superficielle due au frottement entre les deux pièces en faisant appel à une caméra infrarouge haute résolution. Ainsi, le banc

de torsion présente deux parties distinctes comme indiqué sur la figure II.1(a). La partie du banc encadrée en rouge dispose d'un seul degré de liberté qui est la translation suivant la direction de l'axe x tandis que la partie encadrée en vert ne peut que pivoter autour de cette axe. On précise que l'axe x est bien entendu confondu avec l'axe de rotation de l'arbre moteur et que la partie en translation n'est pas motorisée. On adapte ainsi ce dispositif en commençant par concevoir une pièce sur laquelle on vient «cliper» l'insert de fixation comme indiqué sur la figure II.1(a). Notons qu'une partie de cette pièce est ajourée de telle sorte que l'insert de fixation soit dans le champ de vision de la caméra infrarouge pendant la phase de vissage.

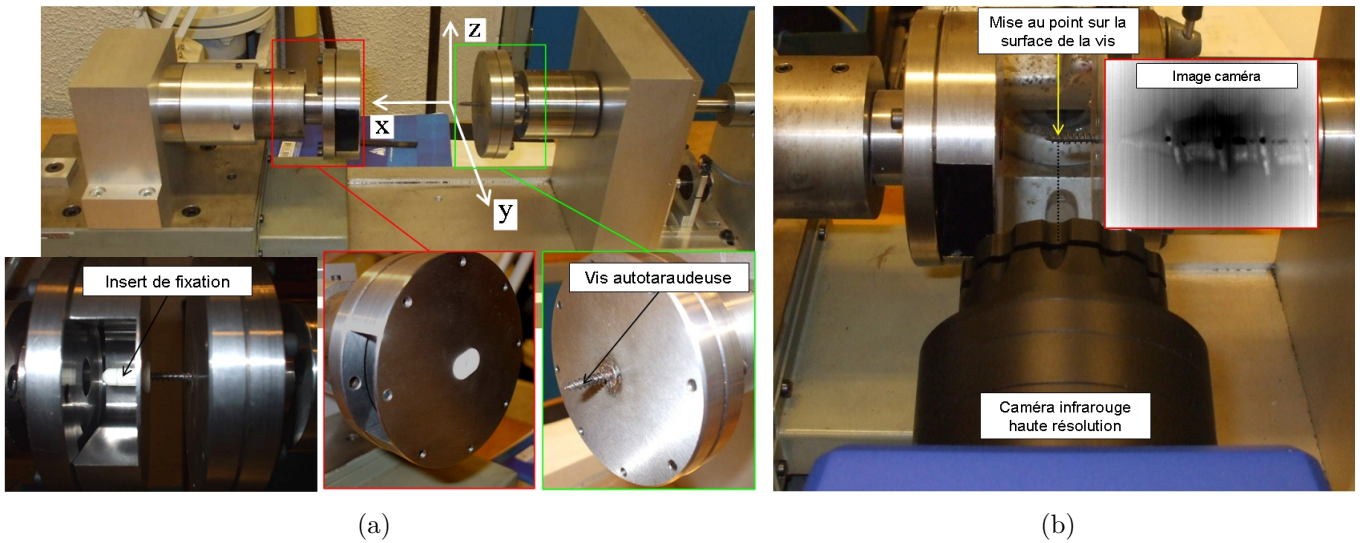


FIGURE II.1 – (a) : Adaptation d'un banc de torsion au procédé industriel de vissage-taraudage dans les matières plastiques ; (b) : Position de la caméra par rapport au banc et image obtenue après mise au point sur la surface de la vis en rotation.

On conçoit ensuite un disque métallique, s'adaptant au banc, et au centre duquel est fixée la vis grâce au dispositif que l'on peut voir sur la figure II.2(a). Notons que ce dispositif est conçu de telle sorte qu'une vis neuve soit considérée au début de chaque test afin de maintenir des conditions initiales les plus constantes possibles. De plus, ce dispositif permet également d'adapter plusieurs types de vis offrant ainsi la possibilité de réaliser une étude de comparaison des résultats. On peut voir par ailleurs sur la figure II.2(b) une photo illustrant la méthode utilisée au cours de la fixation de la vis. Celle-ci permet d'obtenir une bonne reproductibilité de l'alignement de la vis par rapport à l'axe de rotation.

Notons que l'on souhaite également mesurer au cours de chaque test le couple ainsi que le déplacement de la partie mobile en translation sur laquelle est fixée l'insert. Pour ce faire le banc est instrumenté. Le couple est ainsi mesuré grâce à une cellule de force intégrée au bras cylindrique en translation et le déplacement en translation mesuré par un capteur LVDT. Finalement la mesure précise de la vitesse de rotation de l'arbre moteur s'obtient grâce à un tachymètre positionné comme indiqué sur la figure II.3(a). Notons qu'il est également possible



FIGURE II.2 – (a) : Dispositif adaptatif de fixation de la vis; (b) : Dispositif d'alignement de la vis par rapport à l'axe de rotation du banc.

d'obtenir la vitesse de rotation en convertissant la tension mesurée aux bornes du moteur via un multimètre, cependant le bruit perturbe la mesure la rendant beaucoup moins précise que celle mesurée à partir du système de tachymétrie.

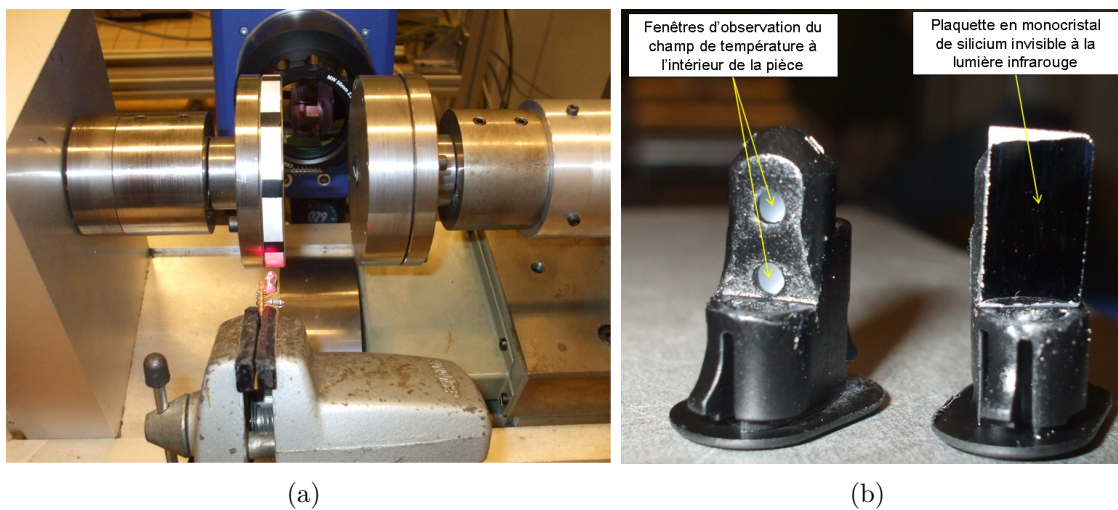


FIGURE II.3 – (a) : Photo du dispositif de mesure de la vitesse de rotation; (b) : Photo mettant en évidence les modifications apportées à la pièce industrielle pour permettre la mesure du champ de température en son sein durant la phase de vissage-taraudage.

Ainsi on mesure la température à l'aide d'une caméra infrarouge haute résolution positionnée comme indiqué sur la figure II.1(b) sachant que l'objectif est pointé sur la vis qui on le rappelle reste fixe en translation dans l'espace tout au long du test. Afin de mesurer le champ de température à l'intérieur de la pièce au cours de la phase de vissage-taraudage on apporte plusieurs modifications à la pièce industrielle. Tout d'abord, deux fenêtres d'observation comme indiqué sur la figure II.3(b), usinées par fraisage, permettent à la caméra de mesurer à l'intérieur du bossage de la pièce. Afin d'éviter au maximum les perturbations des mesures liées aux phénomènes de dissipation de chaleur par convection forcée avec l'extérieur de la pièce on vient

fixer par collage, grâce à l'usinage préalable de méplats sur la pièce, une plaquette en monocristal de silicium invisible à la lumière infrarouge devant les fenêtres d'observation. A noter également que la pièce est peinte en noir afin d'éviter les possibles réflexions sur la couleur blanche de celle-ci pouvant perturber la mesure au cours de l'essai. Ainsi la configuration expérimentale au début de chaque essai est celle de la figure II.4. On choisit de ne pas faire apparaître la plaquette en silicium de façon à pouvoir bien apprécier les positions des deux fenêtres d'observation par rapport notamment à celle de la vis.

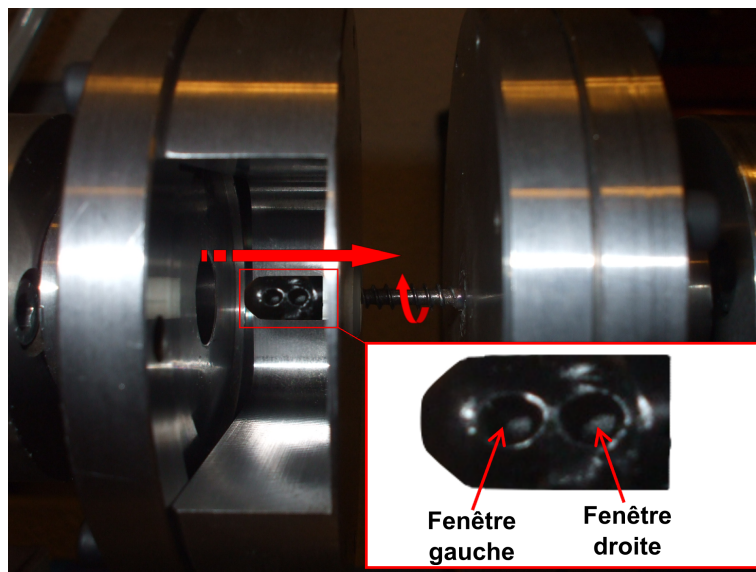


FIGURE II.4 – Configuration expérimentale au début de chaque essai.

Finalement, précisons qu'une fois la vis entraînée en rotation, la cale située entre les deux parties mobiles du banc que l'on peut voir sur la figure II.3(a) est retirée lentement de façon à libérer le mouvement en translation de l'insert de fixation par rapport à la vis en rotation. La très légère inclinaison initiale du banc entraîne le glissement lent de la partie mobile en translation provoquant ainsi la réduction progressive de l'écart entre la pointe de la vis et l'entrée du bossage de l'insert. Une fois le contact établi le taraudage s'amorce et la phase de vissage débute. Ainsi au fur et à mesure de la création du taraudage, l'insert, ne pouvant s'opposer aux efforts de vissage, convertit le mouvement de rotation de la vis en mouvement de translation. Au bout d'un certain temps, la caméra, fixe sur un point de la vis, voit passer dans son champ de vision les deux fenêtres d'observation de l'insert à travers lesquelles elle mesure le champ de température en fonction du temps. Il est ensuite possible de visualiser et d'interpréter les résultats, grâce à un système d'acquisition des données couplé à un logiciel de traitement des mesures.

A.I.2 Analyse approfondie des mesures de température

Plusieurs essais sont conduits en considérant plusieurs vitesses de rotation de façon à étudier l'influence de cette variable vis-à-vis de la température. Notons que les vitesses explorées sont 150 tr/min, 250 tr/min et 400 tr/min, cette dernière correspondant à la vitesse de rotation maximale du moteur. Comme on peut le voir sur la figure II.5, la démarche de dépouillement des résultats employée consiste dans un premier temps à positionner un certain nombre de marqueurs (points de mesure) le long de la vis, qui on le rappelle reste fixe en translation par rapport à la caméra tout au long du test contrairement à l'insert, qui lui se translate du pas de la vis (2,1 mm) suivant l'axe X à chaque tour de celle-ci. On constate que la distance δx entre chaque marqueur est choisie constante et vaut 0,85 mm.

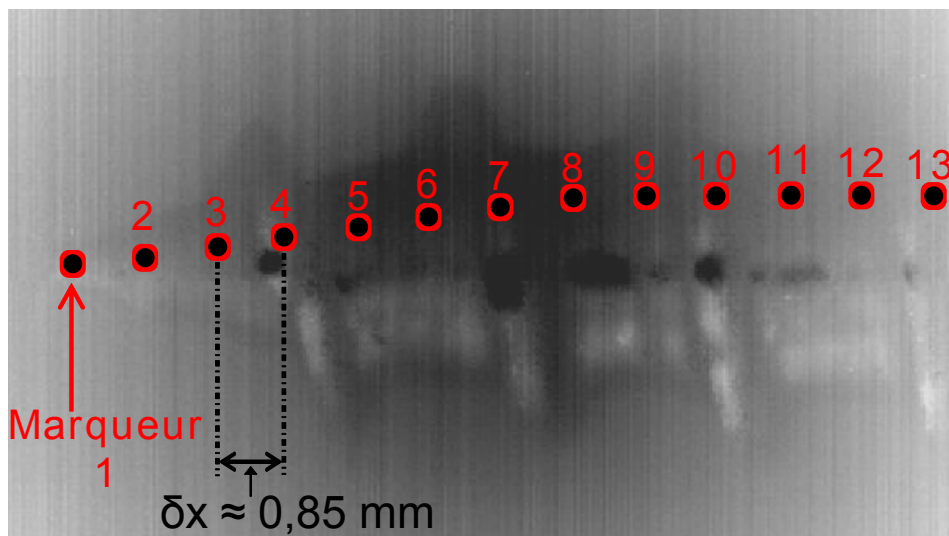


FIGURE II.5 – Positions longitudinales des marqueurs sur la vis lors du test conduit à une vitesse de rotation imposée de 150 tr/min.

Grâce au logiciel d'acquisition et de traitement des données, on enregistre ensuite image par image la température pour l'ensemble des marqueurs. Ainsi les figures II.6 et II.7, indiquant la juxtaposition image par image pour l'essai conduit à la vitesse de 150 tr/min, permettent de bien comprendre la nature des mesures qui sont faites. Au cours de la phase de vissage-taraudage l'insert se déplace en translation par rapport aux différents marqueurs. Lorsque le marqueur est situé en dehors des deux fenêtres d'observation la température est mesurée sur la surface extérieure de l'insert. A noter que l'ensemble des mesures effectuées entre les fenêtres sur la surface extérieure de l'insert sont considérées comme des mesures intempestives n'alimentant pas le raisonnement et par conséquent celles-ci sont écartées. On s'intéresse alors uniquement aux périodes durant lesquelles le marqueur est situé à l'intérieur des fenêtres car dans ce cas la température est bien mesurée à l'intérieur du bossage de l'insert et sur la surface extérieure de la vis. Sachant que l'on fait l'hypothèse de continuité des champs de température à l'interface de

contact entre la vis et la surface intérieure du bossage, on considère que la température mesurée sur la vis métallique est également atteinte localement sur la surface de contact appartenant au bossage en POM. Caubet [Caubet, 1964] explique que deux points en contact, en vis-à-vis de part et d'autre de l'interface, sont rigoureusement à la même température, appelée température d'interface. Gras [Gras, 2008] quant à lui critique cette hypothèse en soulignant que la température étant un phénomène vibratoire, il paraît peu probable que des atomes appartenant à des solides de système cristallins différents n'ayant pas la même masse ni les mêmes caractéristiques atomiques, n'étant pas liés de la même manière, entrent en résonance de la même façon.

Ainsi on constate tout d'abord sur les images des figures II.6 et II.7 que la température atteint au cours de l'essai à 150 tr/min une valeur d'environ 83°C sur la surface de la vis (cf. l'image II.7(f)). On peut donc considérer que le POM que constitue le bossage est lui aussi exposée à cette température localement sur la surface intérieure. Il s'agit d'une valeur très élevée pour ce type de matériau (température de fusion du grade de POM étudié $\approx 165^\circ\text{C}$) qui à cette température voit vraisemblablement ses propriétés mécaniques chuter fortement. A noter que cette chute de propriété devient par ailleurs déterminante au moment où la tête de vis arrive en butée sur l'assemblage, instant marquant le début de la phase de serrage au cours de laquelle la surface taraudée doit supporter le couple appliquée. Ainsi le couple de serrage est très probablement assez fortement impacté par cette élévation de la température, et d'autant plus si les propriétés mécaniques sont dégradées sur une profondeur de polymère importante.

Le graphe de la figure II.8 récapitule les résultats obtenus à la vitesse de 150 tr/min. Notons que l'on trace pour chaque marqueur l'évolution de la température lorsque celui-ci est situé à l'intérieur des fenêtres. Ainsi la légende du graphe est détaillée en indiquant que le temps t_1 correspond à la première mesure effectuée dans la fenêtre droite (première fenêtre à apparaître dans le champ de vision de la caméra) c'est-à-dire lorsque celle-ci commence à inclure le marqueur considéré. Le temps t_2 correspond à la dernière mesure réalisée dans la fenêtre droite à savoir l'instant au delà duquel le marqueur ne se trouve plus à l'intérieur de la fenêtre. Les deux autres temps t_3 et t_4 correspondent aux mesures de début et de fin de passage du marqueur au sein de la fenêtre gauche. On obtient ainsi une approximation de l'évolution de la température en fonction de la position longitudinale sur la vis, mais également en fonction du temps, puisque l'on est en mesure d'évaluer la vitesse de l'élévation de la température en chaque marqueur au cours de son passage dans chacune des deux fenêtres (voir le calcul des vitesses \dot{T}_{12} et \dot{T}_{34} sur la légende intérieure du graphe). Ainsi par exemple on voit que le taux d'augmentation de la température au niveau du marqueur n°1 vaut environ 19°C/s en moyenne dans la fenêtre de droite tandis que celle-ci vaut à peu près 17°C/s dans la fenêtre de gauche. Afin de faciliter l'interprétation de ces résultats, on souhaite connaître les marqueurs concernés par la phase de vissage-taraudage proprement dit. On constate alors sur la figure II.9 que le rayon variable de

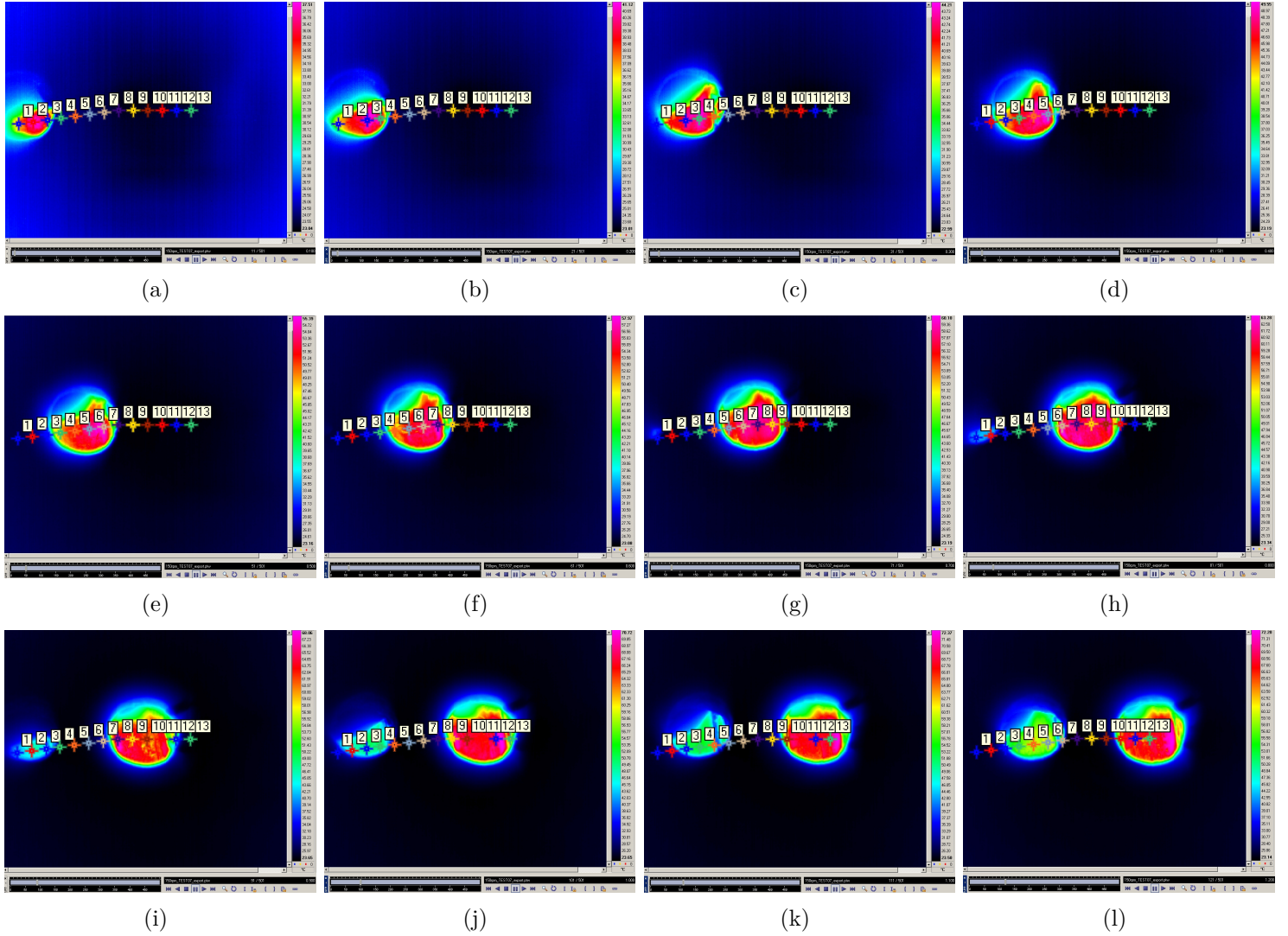


FIGURE II.6 – Juxtaposition image par image du déplacement de l'insert pendant la phase de vissage-taraudage à la vitesse de 150 tr/min (poster 1/2).

la vis sur la partie conique devient à peu près égal au rayon intérieur du bossage (1,75 mm) vers le marqueur n°5. De plus, le rayon nominal de la vis (2,25 mm) est atteint approximativement au marqueur n°10. Autrement dit le taraudage s'effectue entre ces deux marqueurs sachant qu'avant le marqueur n°5 il n'y pas de contact entre le filet et le bossage et qu'au delà du marqueur n°10 le filet ne taraude plus en théorie la matière et seul le glissement entre les deux pièces intervient. Poursuivons l'analyse en évaluant maintenant la durée de la phase de vissage-taraudage. Sachant que l'écart entre deux marqueurs est de 0,85 mm, la distance entre le marqueur n°5 et n°10 est de 4,25 mm. Si l'on ramène cette distance à un nombre de tours de vis entre le début et la fin du taraudage, on obtient $4,25/2,1$ (pas de la vis) ≈ 2 tr. Ainsi à la vitesse imposée de 150 tr/min, la phase de vissage-taraudage s'effectue en un temps d'environ 0,8 s. On en déduit donc à partir de la figure II.8 qu'au cours de la phase de vissage-taraudage,

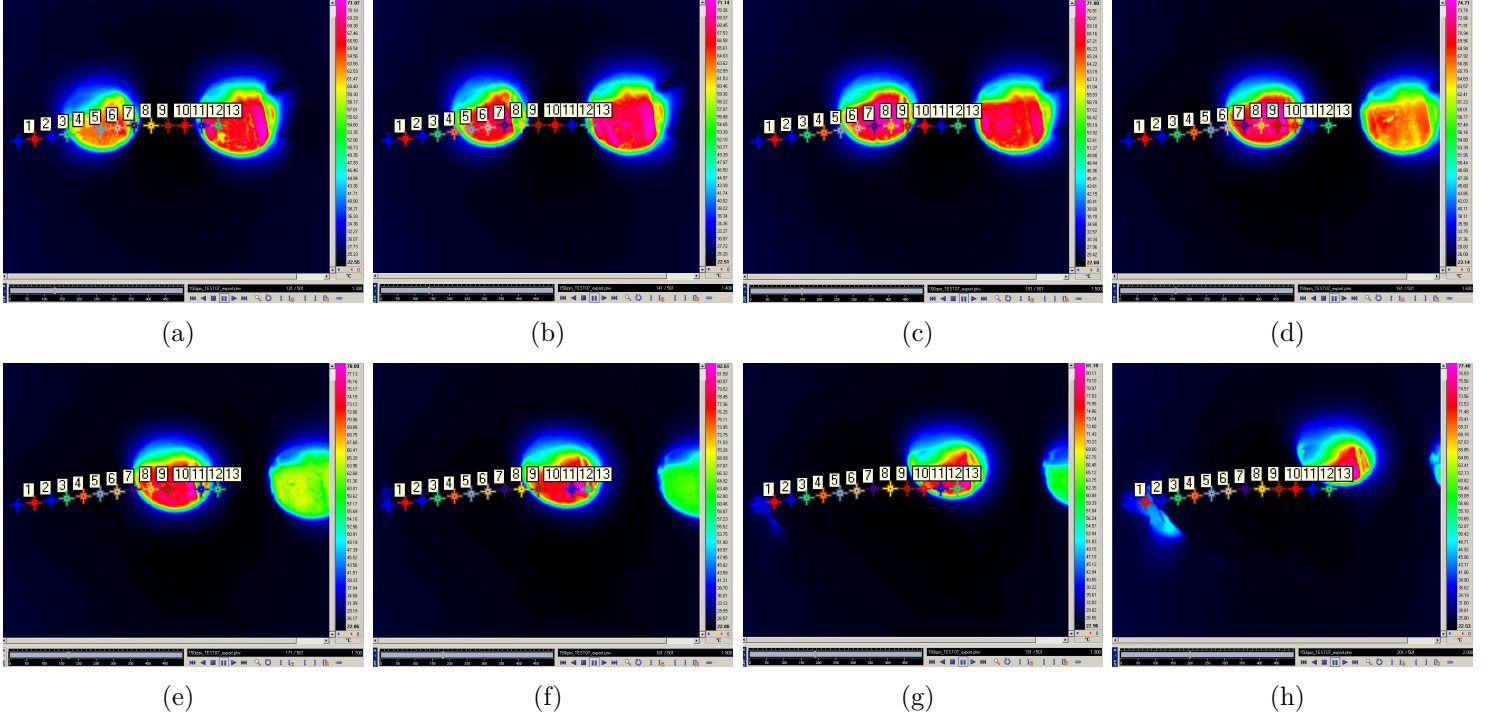


FIGURE II.7 – Juxtaposition image par image du déplacement de l'insert pendant la phase de vissage-taraudage à la vitesse de 150 tr/min (poster 2/2).

c'est à dire entre les marqueurs n°5 et n°10 la température à l'interface de contact entre les deux pièces passe d'environ 62°C à 78°C (voir l'enveloppe maximale de la fenêtre gauche) en 0,8 s soit une vitesse d'échauffement d'à peu près 20°C/s . Notons que cette valeur est concordante avec les vitesses de chauffage mesurées au niveau de chaque marqueur, ces dernières étant néanmoins légèrement supérieures. Il est par ailleurs important de mentionner le fait que les taux d'élévation de la température mesurées au niveau des marqueurs n°1, 2, 3 et 4 sont du même ordre que celles mesurées entre les marqueurs n°5 et 10 alors qu'il n'y pas de contact entre les deux pièces avant le marqueur n°5. On s'attend en effet à ce que la vitesse d'échauffement soit clairement plus élevée là où il y a frottement entre les deux pièces. On explique ce constat par le fait que la propagation de la chaleur de la partie échauffée de la vis métallique vers l'extrémité de celle-ci est très rapide. Ainsi le raisonnement précédent indique principalement qu'à la vitesse de rotation imposée de 150 tr/min la surface de contact appartenant au bossage subit au cours de la phase de vissage-taraudage une vitesse d'échauffement moyenne de l'ordre de 30°C/s (moyenne de l'ensemble des mesures de vitesses de chauffage réalisées entre les marqueurs n°5 et 10).

On constate comme attendu sur le graphe une température d'autant plus élevée à mesure que l'on s'éloigne du bout conique de la vis. En effet, plus la distance entre le marqueur et l'extrémité de la vis est importante et plus la durée du frottement est grande, durée dont la température superficielle à l'interface de contact est étroitement liée.

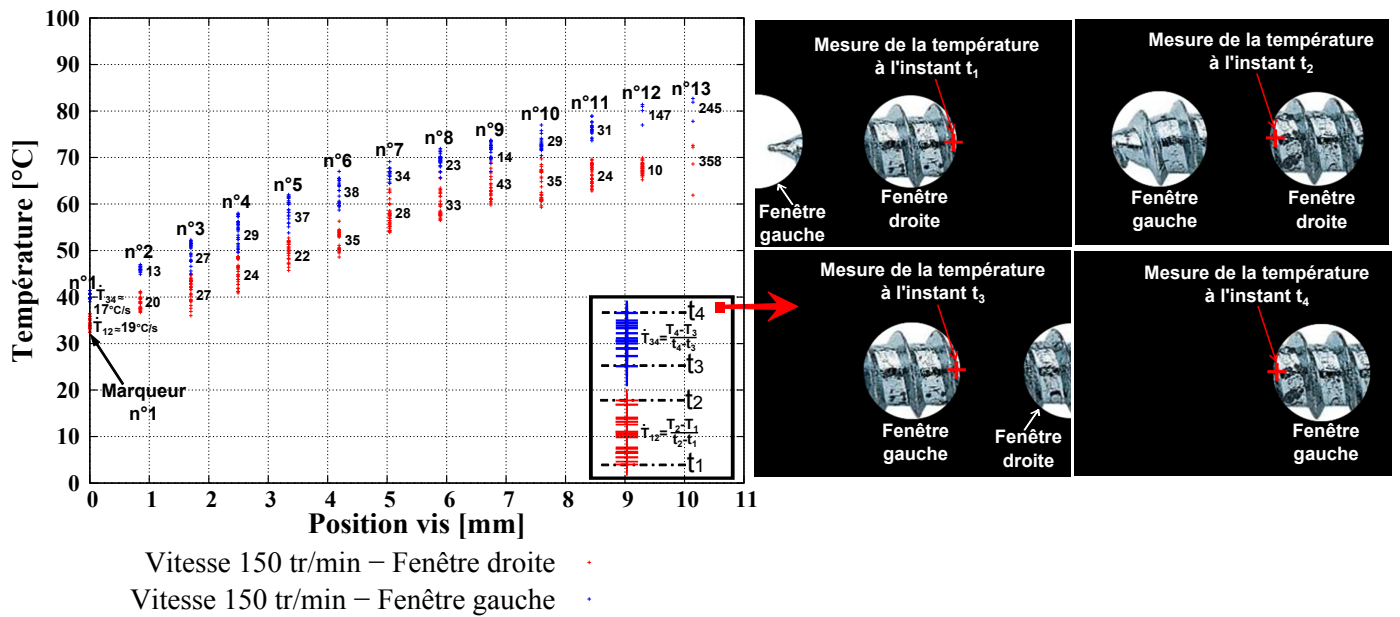


FIGURE II.8 – Évolution de la température en fonction de la position longitudinale sur la vis pour une vitesse de rotation imposée de 150 tr/min ; Indication de la vitesse moyenne d'élévation de température pour chaque marqueur et dans chaque fenêtre.

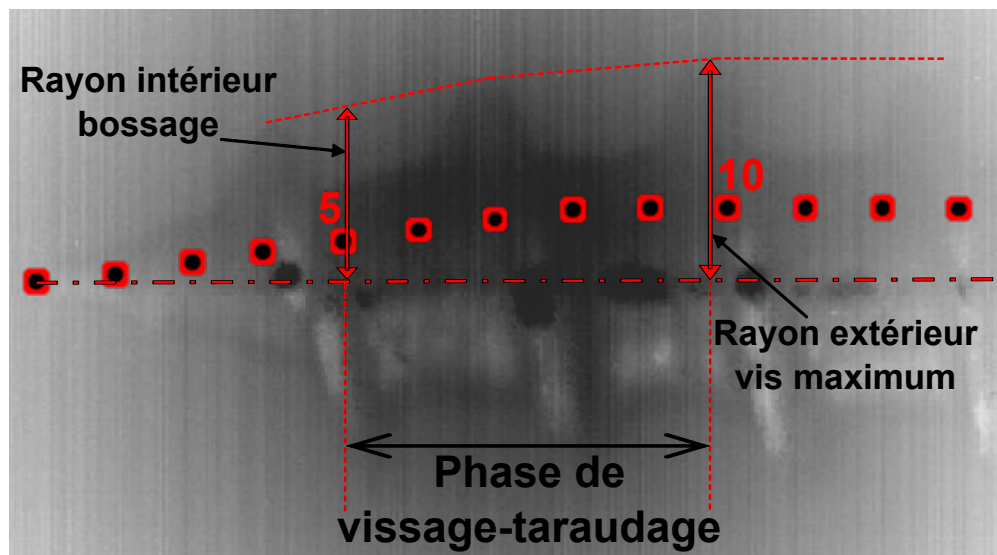


FIGURE II.9 – Estimation des marqueurs concernés par la phase de vissage-taraudage.

Effectivement, cette élévation de température durant le procédé est sans aucun doute engendrée par les forces résistantes de frottement générées à l'interface de contact et qui sont dues au glissement de la surface extérieure du filet de la vis sur la surface extérieure du taraudage. On assiste alors à un mécanisme de dissipation d'une partie de l'énergie sous forme de dissipation thermique qui se traduit par un échauffement des surfaces en contact.

Remarque à propos de l'estimation analytique de la température superficielle dans le cas d'une source mobile :

Rappelons que dans le domaine de la tribologie [Gras, 2008] on estime souvent analytiquement la température superficielle atteinte par la surface en cours de glissement de façon à avoir une appréciation fiable de la situation tribologique réelle. Ces phénomènes thermiques associés au contact sont en effet susceptibles d'un point de vue général d'affecter le fonctionnement du système tribologique en générant des transformations microstructurales, en introduisant des contraintes thermiques, en déclenchant des mécanismes de fluage ou de diffusion dans l'interface, ou en favorisant les réactions physico-chimiques superficielles voire en provoquant leur fusion locale. Ainsi la température superficielle mesurée dans le cadre de cette étude par thermographie infrarouge peut théoriquement être évaluée analytiquement en assimilant ce calcul à un problème de transfert thermique dans lequel la chaleur générée par friction est représentée par une source thermique mobile se déplaçant sur la surface. La différenciation des régimes de vitesse est alors régie par le nombre de Péclet, nombre qui permet de prendre en compte les observations de Halling concernant l'incidence de la vitesse sur le régime d'échange thermique qui s'instaure dans le contact : régime isotherme à basse vitesse et régime adiabatique à haute vitesse. Le nombre de Péclet utilisé en transfert thermique est un paramètre physique sans dimension qui représente le rapport de deux temps caractéristiques : celui du transfert par convection et celui du transfert par conduction. Il est équivalent au produit du nombre de Reynolds et du nombre de Prandtl. Ainsi, le nombre de Péclet permet notamment de calculer l'échauffement des surfaces qui se produit lors du passage de la source mobile sur un point du solide fixe. On rappelle que ce nombre est défini comme suit :

$$P_e = \frac{L_c \cdot V}{\alpha} = \frac{L_c \cdot V \cdot c_p \cdot \rho}{\lambda} = \frac{L_c^2 \cdot c_p \cdot \rho}{\lambda \cdot t} = R_e \cdot P_r \quad (\text{II.1})$$

Avec :

λ : conductivité thermique [$\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$]

L_c : longueur caractéristique du système [m]

α : diffusivité thermique [$\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$]

ρ : densité [$\text{Kg} \cdot \text{m}^{-3}$]

c_p : capacité calorifique [$\text{J} \cdot \text{Kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$]

t : temps caractéristique [s]

R_e : nombre de Reynolds [-]

P_r : nombre de Prandtl [-]

V : vitesse de déplacement de la source mobile [$\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$]

Dans le cas étudié ici présent, la source mobile, à savoir la vis, se déplace à grande vitesse et de ce fait le nombre de Péclet est grand ($P_e > 5$) et la chaleur n'a pas le temps de diffuser sur une grande profondeur lors du glissement. Le flux thermique se concentre près de la surface dans une très faible épaisseur de matière (quelques dizaines de μm), ce qui entraîne un échauffement important du faible volume de matière concerné. Si on simplifie à l'extrême le contact de la surface extérieure du filet de la vis sur le flanc du taraudage au cas d'une source mobile carré de côté $2l$, l'élévation maximale de température du contact s'écrit selon G.W. Stachowiak et A.W. Batchelor [Stachowiak & Batchelor, 1993] :

$$\Delta\theta_M = \frac{2,82\varphi}{\lambda} \left(\frac{al}{\pi V} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (\text{II.2})$$

avec :

$\varphi = \Phi/S$: flux thermique surfacique [W.m^{-2}]

λ : conductivité thermique [$\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$]

l : largeur de la source de chaleur [m]

a : diffusivité thermique [$\text{m}^2.\text{s}^{-1}$]

V : vitesse de déplacement de la source mobile [m.s^{-1}]

On présente désormais les résultats obtenus aux vitesses de rotation imposées de 250 tr/min et de 400 tr/min (cf. juxtaposition des images des essais sur les figures II.10 et II.11). Ainsi on obtient pour ces deux vitesses une température maximale ne dépassant pas 70°C soit une valeur inférieure à celle mesurée à 150 tr/min (cf. graphes des figures II.12(a) et II.12(b)). Il s'agit d'un constat plutôt inattendu. En effet, on s'attend plutôt à une augmentation de la température lorsque la vitesse de rotation augmente, le frottement étant vraisemblablement plus sévère à l'interface entre les deux matériaux. L'une des causes pouvant être à l'origine de ce constat est le coefficient de convection thermique. Ainsi l'augmentation de la vitesse de rotation de la vis induit nécessairement une vitesse d'écoulement de l'air plus élevée sur les surfaces en contact d'où un nombre de Reynolds, et donc un coefficient de convection thermique, plus grand. On assisterait donc à une augmentation du flux de chaleur transmis par convection à l'interface de contact qui ferait chuter la température en surface. On peut aussi expliquer cette température maximale moins élevée par le fait que l'augmentation de la vitesse de rotation de la vis induit a fortiori une phase de vissage plus courte d'où une température plus basse in fine étant donné un frottement s'effectuant sur un temps plus court.

Concernant la taux d'augmentation de la température au cours de la phase de vissage-taraudage, on mesure à 250 tr/min une vitesse moyenne d'échauffement (moyenne de l'ensemble des mesures de vitesses de chauffage réalisées entre les marqueurs n°5 et 10 sur la figure II.12(a))

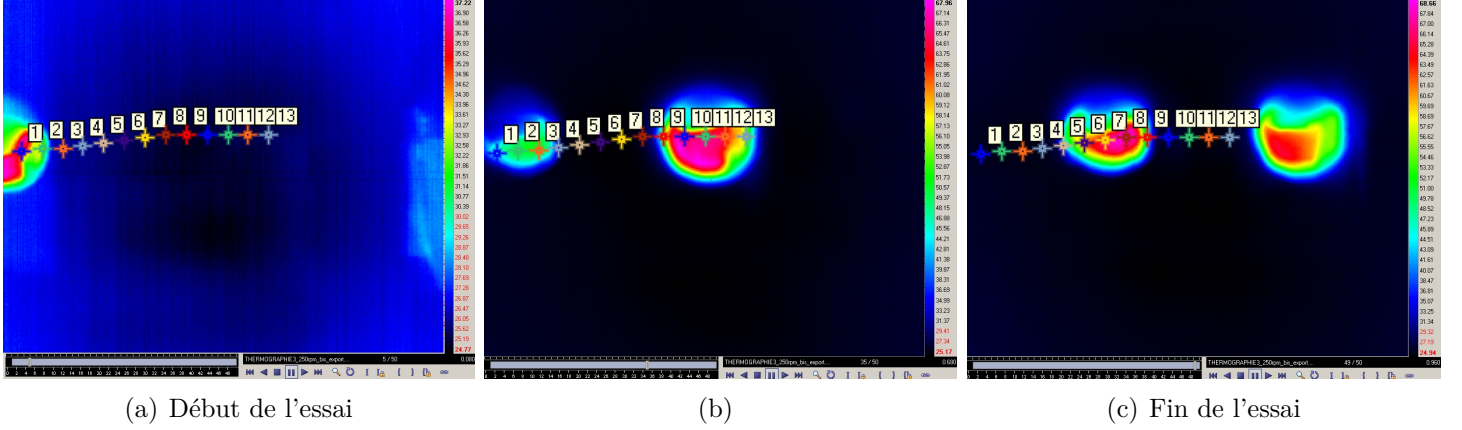


FIGURE II.10 – Juxtaposition image par image du déplacement de l'insert pendant la phase de vissage-taraudage à la vitesse de 250 tr/min.

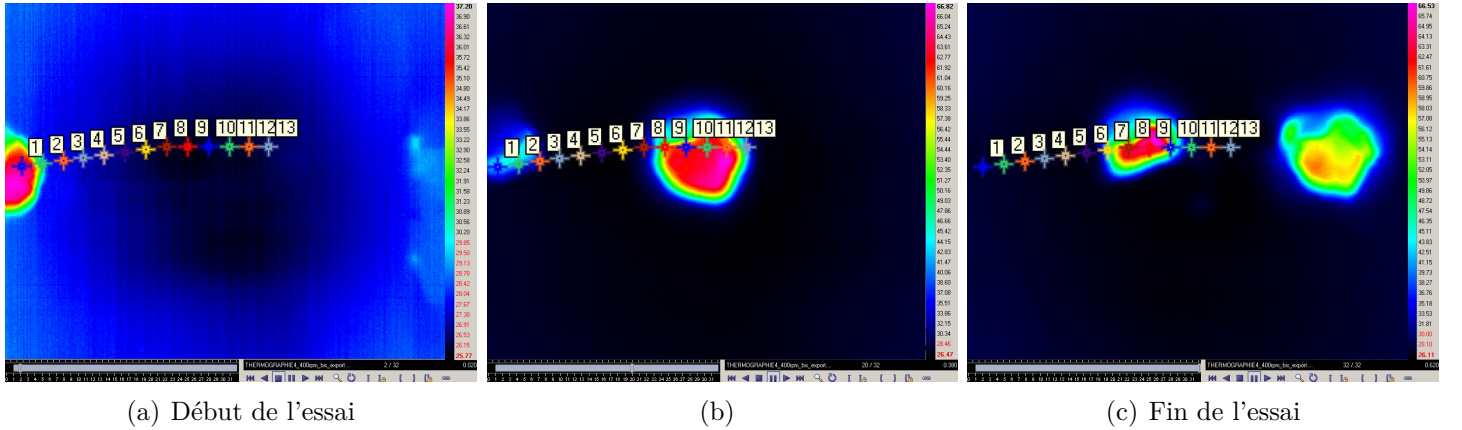


FIGURE II.11 – Juxtaposition image par image du déplacement de l'insert pendant la phase de vissage-taraudage à la vitesse de 400 tr/min.

d'environ 55°C/s , celle-ci valant à peu près 50°C/s à 400 tr/min (moyenne de l'ensemble des mesures de vitesses de chauffage réalisées entre les marqueurs n°5 et 10 sur la figure II.12(b)). La vitesse de chauffage que l'on mesure à 250 tr/min est donc clairement supérieure à celle obtenue à 150 tr/min ($\approx 30^{\circ}\text{C/s}$) ce qui tend à confirmer l'hypothèse selon laquelle l'échauffement à l'interface de contact gagne certes en intensité avec l'augmentation de la vitesse de rotation mais s'effectue sur un temps plus court d'où au final une valeur de température maximale atteinte en surface quasiment constante avec la vitesse. On constate par ailleurs que la taux d'élévation de la température mesuré à 400 tr/min est de façon inattendue légèrement inférieure à celle mesurée à 250 tr/min, cette légère baisse pouvant s'expliquer par la convection plus forte à l'interface évoquée précédemment.

Les précédentes remarques sont confirmées par les deux graphes récapitulatifs de la figure II.13 indiquant les évolutions minimales et maximales de température en fonction de la position de la vis. Précisons que les courbes de la figure II.13(a) correspondent aux enveloppent

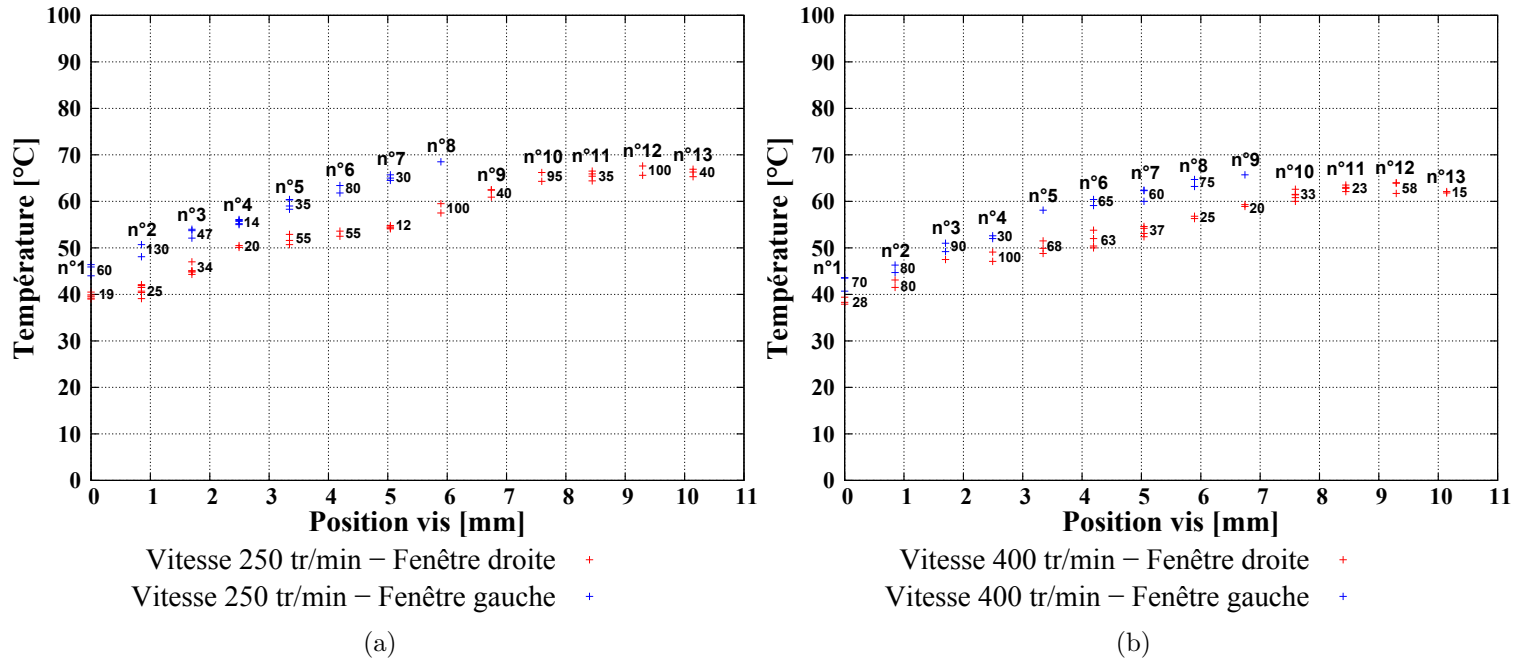


FIGURE II.12 – (a) : Évolution de la température en fonction de la position longitudinale sur la vis pour une vitesse de rotation imposée de 250 tr/min; (b) : Évolution de la température en fonction de la position longitudinale sur la vis pour une vitesse de rotation imposée de 400 tr/min.

inférieures des précédentes courbes (cf. «fenêtre droite» figures II.8, II.12(a) et II.12(b)) tandis que la figure II.13(b) correspond aux enveloppes supérieures. Ainsi en effet ceux-ci montrent que l'élévation de la température le long de la vis évolue assez peu avec l'augmentation de la vitesse de rotation, l'élévation étant néanmoins légèrement décroissante avec la vitesse.

Néanmoins, rappelons que l'augmentation de vitesse peut dans le même temps induire un autre type d'échauffement dû au phénomène de dissipation thermique. En effet les grandes déformations générées au cours du taraudage sont susceptibles de provoquer un auto-échauffement local (non-mesuré expérimentalement au cours de cette étude [Boisot, 2009]) significatif du matériau par dissipation d'une partie de la puissance de déformation plastique en chaleur. Plus la vitesse de sollicitation augmente et plus l'on tend vers des conditions d'échauffement adiabatiques qui favorisent l'augmentation locale de la température. Ainsi on suppose que l'augmentation de la vitesse de rotation de la vis engendre certes une diminution de la température maximale en surface, due notamment à la convection forcée (graphe de la figure II.13(b)), mais que celle-ci induit dans le même temps une élévation plus grande de la température due à l'auto-échauffement, échauffement que la caméra infrarouge peut très difficilement mesurer étant donné que celui-ci se produit essentiellement au sein du matériau. Rappelons que Boisot [Boisot, 2009] avait suivi un certain nombre d'essais mécaniques par caméra thermique afin d'identifier la valeur de l'auto-échauffement en s'appuyant sur la mesure de la température en

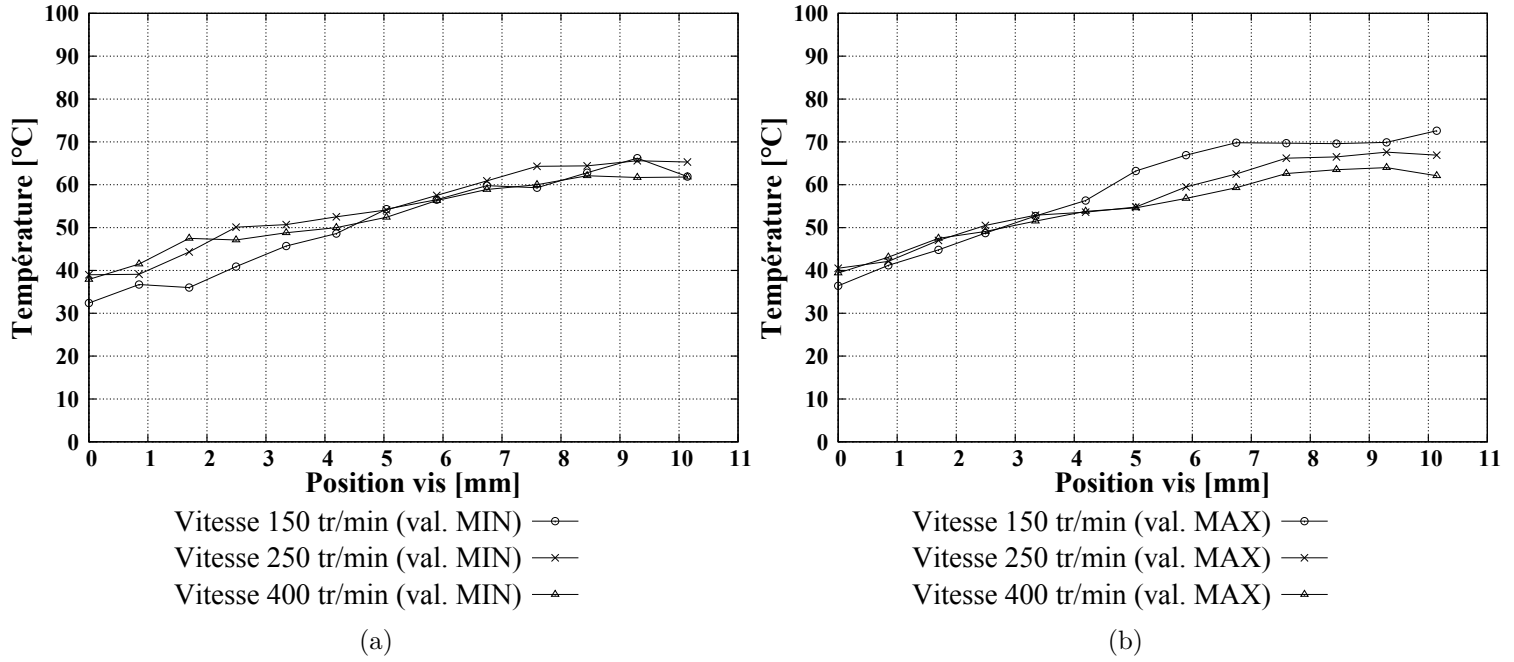


FIGURE II.13 – (a) : Évolution minimale de la température en fonction de la position longitudinale sur la vis pour les trois vitesses de rotation explorées (fenêtre droite); (b) : Évolution maximale de la température en fonction de la position longitudinale sur la vis pour les trois vitesses de rotation explorées (fenêtre droite)

surface, c'est-à-dire celle provenant de l'auto-échauffement local se propageant de l'intérieur du matériau vers la surface externe de l'éprouvette.

Ce paragraphe s'achève en présentant une dernière courbe qui synthétise l'ensemble des résultats obtenus. Il s'agit de la figure II.14. Notons d'ores-et-déjà que les conditions limites thermiques, associées à la simulation numérique du procédé de vissage-taraudage, et dont les résultats font l'objet du cinquième chapitre, sont définies en grande partie à partir de cette courbe. Précisons que celle-ci est construite en s'appuyant sur l'analyse précédente ayant permis de conclure que la phase de taraudage proprement dite s'effectue entre les marqueurs n°5 et n°10 (cf. figures II.8, II.12(a) et II.12(b)), correspondant à l'intervalle [3,2-7,7] en abscisse sur les courbes de la figure II.13. On s'intéresse donc uniquement aux bornes de cet intervalle qui reflètent la température du polymère en un point donné sur l'interface de contact aux instants de début et de fin du taraudage. Ainsi pour les trois vitesses 150, 250 et 400 tr/min explorées on indique ces deux températures. On fait par ailleurs le choix de considérer la valeur minimale de température mesurée au début du taraudage (cf. II.13(a)) et la valeur maximale pour la fin du taraudage (cf. II.13(b)).

Finalement, par interpolation/extrapolation (interpolation entre 0 tr/min et 150 tr/min; extrapolation à partir de 500 tr/min) linéaire des points expérimentaux, on obtient, à une certaine vitesse donnée, l'histoire du chargement thermique d'un point situé sur l'interface de

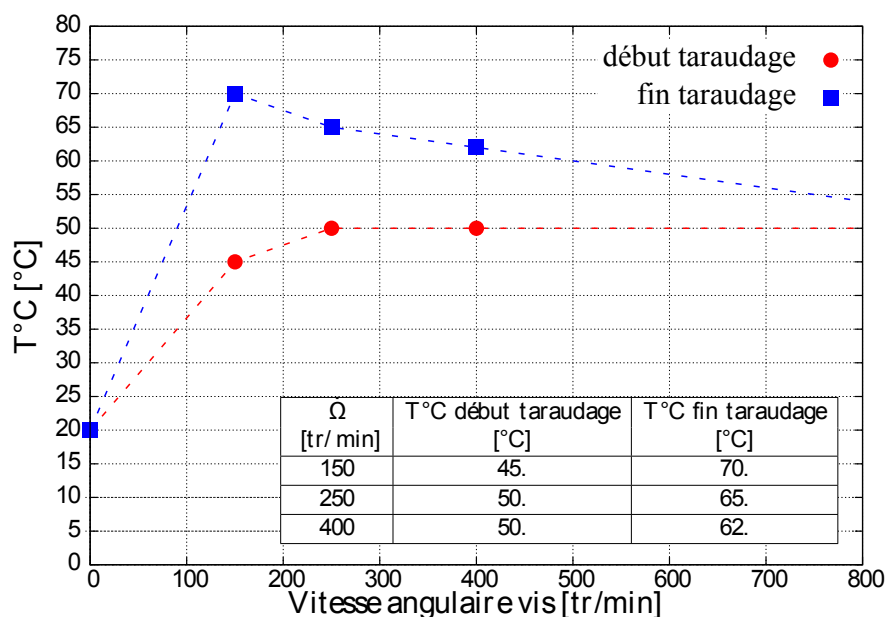


FIGURE II.14 – Histoire du chargement thermique d'un point situé sur l'interface de contact appartenant au polymère au cours du vissage-taraudage.

contact appartenant au polymère au cours du vissage-taraudage. Cette interpolation est en partie construite en prenant comme point de référence la température ambiante à la vitesse nulle.

A.II Observations microscopiques au voisinage de la zone taraudée

L'investigation du procédé industriel de vissage-taraudage se poursuit par des observations microscopiques de la zone taraudée de la pièce industrielle. Rappelons que l'objectif de ces observations est d'analyser l'état de la microstructure de la pièce juste avant la phase de serrage où l'on vient mettre en tension l'assemblage. On souhaite ainsi analyser les potentiels dommages créés par le filet de la vis au cours de la création du taraudage, ces résultats ayant notamment pour vocation de préciser les essais mécaniques de caractérisation du comportement (type de chargement, géométries d'éprouvette, etc.). Précisons que l'échantillon observé lors de cette investigation a été préalablement taraudé en imposant à la vis autotaraudeuse une vitesse de rotation très lente (vissage effectué manuellement ; vitesse angulaire non-mesurée) et très inférieure à celle du procédé industriel.

A.II.1 Observations au Microscope Électronique à Balayage (M.E.B)

Soulignons tout d'abord que le taraudage analysé au cours de cette étude est créé par le filet d'une vis métallique auto-taraudeuse standard dont le rayon de courbure moyen en pointe est estimé à environ $60 \mu\text{m}$ (cf. figure II.15). Compte tenu de cette forte acuité de

filet, on s'attend à un état de contraintes triaxial au sein du matériau à proximité du fond du taraudage. Précisons que la mesure du rayon de courbure moyen a été déterminée dans le cadre d'une étude préalable de la géométrie du profil du filet en menant des observations au microscope optique sur une surface de coupe longitudinale de la vis (découpe effectuée avec une tronçonneuse de laboratoire classique) et à différentes positions sur l'axe de celle-ci. Notons que l'on avait constaté une dispersion relativement importante sur la forme de l'extrémité du profil (dispersion non quantifiée), celui-ci formant à certains endroits un plat plutôt qu'un arrondi.

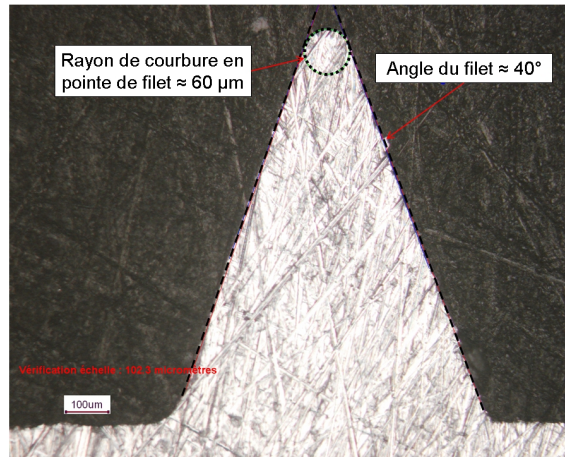


FIGURE II.15 – Caractéristiques géométriques du profil du filet d'une vis autotaraudeuse standard.

Lorsque l'on observe le fond du taraudage au M.E.B on constate la présence d'une zone de rupture par «crazing» similaire à celle décrite par Kausch [Kausch, 1976] et observée par Lafarge [Lafarge, 2004]. On peut effectivement voir sur la figure II.16(a) une fissure d'une longueur d'environ $50 \mu\text{m}$ dans le prolongement du filet de la vis (représenté en pointillés), fissure s'amorçant à partir d'une zone de «craze». Si l'on se focalise par ailleurs sur la zone en pointe de «craze», en employant une technique de préparation de surface par lissage au microtome, on constate en observant l'image de la figure II.16(b) que cette zone est constituée d'une multitude de cavités.

Les cavités observées témoignent d'un endommagement par croissance de cavités, pré-existantes ou se formant par germination, qui finissent par coalescer en laissant peu à peu la place à la fissure que l'on observe sur la figure II.16(a). A noter que ces mécanismes sont étudiés puis analysés au cours du troisième chapitre consacré à la caractérisation de l'endommagement du matériau. Notons que l'on constate par ailleurs sur la figure II.16(a) qu'il n'y a pas de contact entre l'extrémité du filet de la vis métallique auto-taraudeuse, schématisé par un trait en pointillés, et le fond du taraudage. Cette question est importante dans le domaine de la science et de l'ingénierie de l'usinage par enlèvement de matière. Atkins [Atkins, 2009] considère cet aspect comme un paramètre à part entière dont l'influence est étudiée en utilisant les concepts de la mécanique de la rupture.

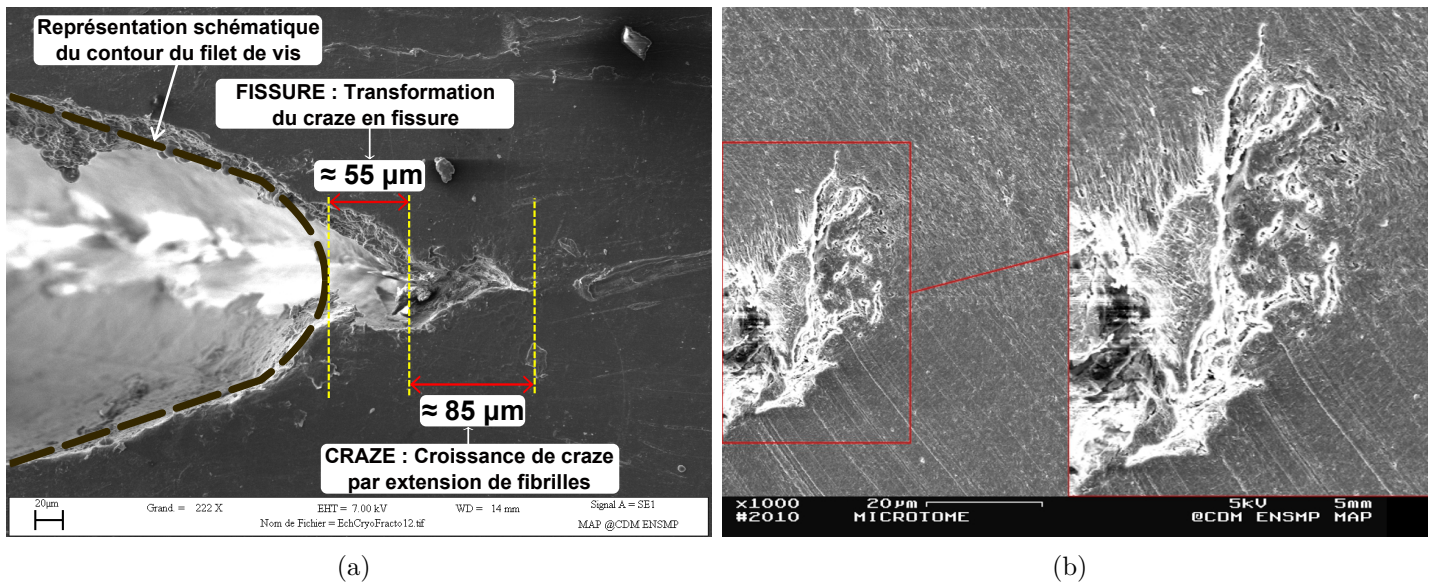


FIGURE II.16 – (a) : Analyse au microscope électronique à balayage (M.E.B) d’une surface de coupe obtenue par cryofractographie prise dans la zone d’indentation ; (b) : Analyse au MEB d’une surface de coupe lissée au microtome prise dans la zone d’indentation.

A.II.2 Observations par micro-tomographie X Synchrotron

Plusieurs observations du taraudage sont par ailleurs menées en utilisant la tomographie synchrotron (rayonnement synchrotron de l’E.S.R.F (European Synchrotron Radiation Facility) de Grenoble), technique d’observation «non-destructive» en 3D dont le principe est rappelé à l’annexe C.1. Une section de la pièce industrielle après vissage-taraudage est prélevée comme indiqué sur la figure II.17 puis l’on vient observer le matériau près du fond du taraudage et à l’intérieur du volume d’intérêt dont la position et la taille sont également indiqués sur la figure. La zone observée est donc un cylindre de hauteur $245 \mu\text{m}$ et de diamètre $245 \mu\text{m}$. On précise que ces observations ont été obtenues en mode haute résolution à savoir que 1 voxel («volumetric element») sur les images équivaut à $(0,24 \mu\text{m})^3$.

Les deux images de la figure II.18(a) correspondent à deux plans de coupe longitudinaux parallèles dont les positions au sein du volume d’intérêt et par rapport à l’échantillon sont indiquées en bas à droite de la figure. Ainsi ces observations tomographiques confirment les observations MEB à savoir que l’on constate que le matériau est localement fortement endommagé à proximité du fond du taraudage en témoigne la multitude de micro-fissures. Il est par ailleurs possible, par reconstruction de l’ensemble des images du volume d’intérêt, de visualiser dans l’espace 3D l’expansion de la zone endommagée par cavitation sous le fond du taraudage. On constate ainsi sur la figure II.18(b) que cette zone, composée de micro-fissures et de craquelures, présente une taille relativement importante. Ceci indique clairement qu’au cours de la phase de vissage, la création progressive du taraudage s’accompagne également de la formation d’une

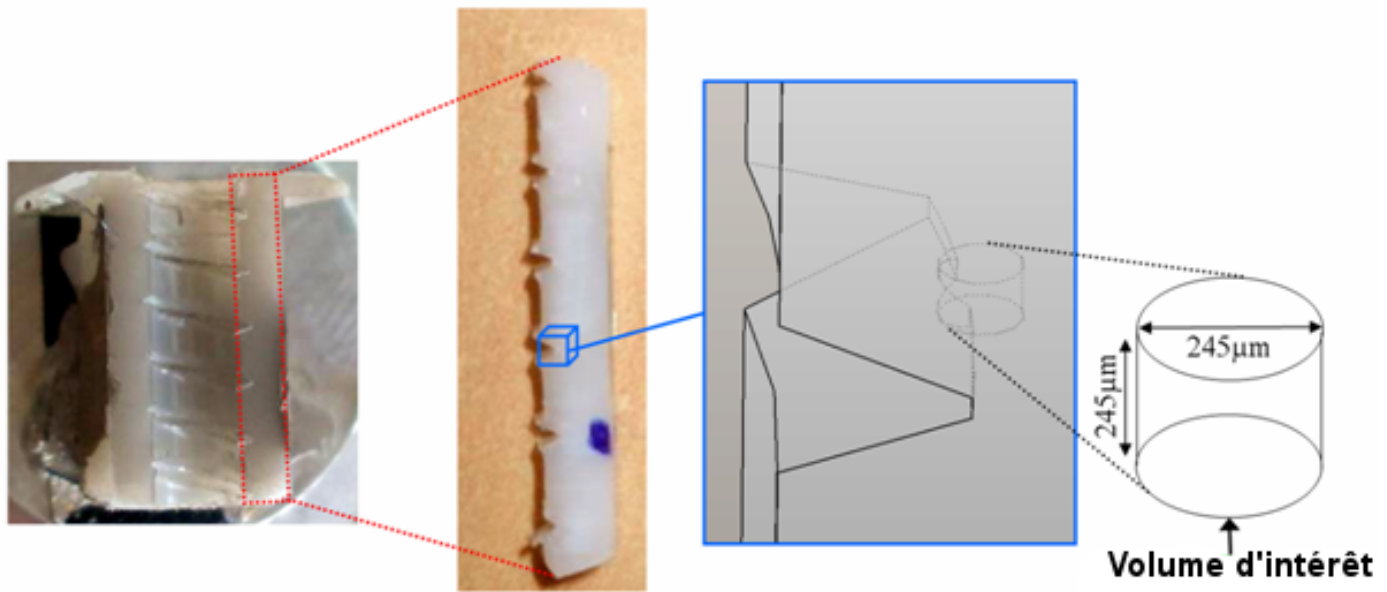


FIGURE II.17 – Mise en évidence de la position et de la taille du volume de matière observé en tomographie synchrotron sur la pièce industrielle après vissage-taraudage.

zone d'endommagement qui suit la direction du sillon créé par le filet de la vis auto-taraudeuse.

B Essais de traction sur éprouvettes lisses et entaillées

B.I Méthodologie de caractérisation

La méthodologie de caractérisation employée s'appuie sur la nature du chargement lié au procédé de vissage-taraudage. Ainsi les observations du paragraphe précédent montrent clairement que l'on est en présence d'un chargement multiaxial induisant localement une pression hydrostatique vraisemblablement élevée étant donné l'endommagement par cavitation constaté. Rappelons que la triaxialité du champ de contraintes joue un rôle important sur le comportement à la rupture des polymères semi-cristallins. Gearing et Anand [Gearing & Anand, 2004] ont étudié l'influence de la pression hydrostatique sur le comportement à la rupture du polycarbonate. Ces auteurs ont notamment effectué durant leurs travaux des essais de flexion trois points sur des éprouvettes entaillées de différents rayons d'entaille. Ainsi sur les faibles rayons, induisant une pression plus forte comme le montre clairement Bridgman [Bridgman, 1944], les auteurs ont constaté l'absence d'un plateau de saturation de l'effort avant le point de rupture sur la courbe force-déplacement, plateau existant pour les rayons d'entaille plus élevés. A noter qu'ils expliquent cette différence de comportement à cause d'une propagation rapide après amorçage d'une fissure dans la zone plastique en fond d'entaille. Cette rupture est alors qua-

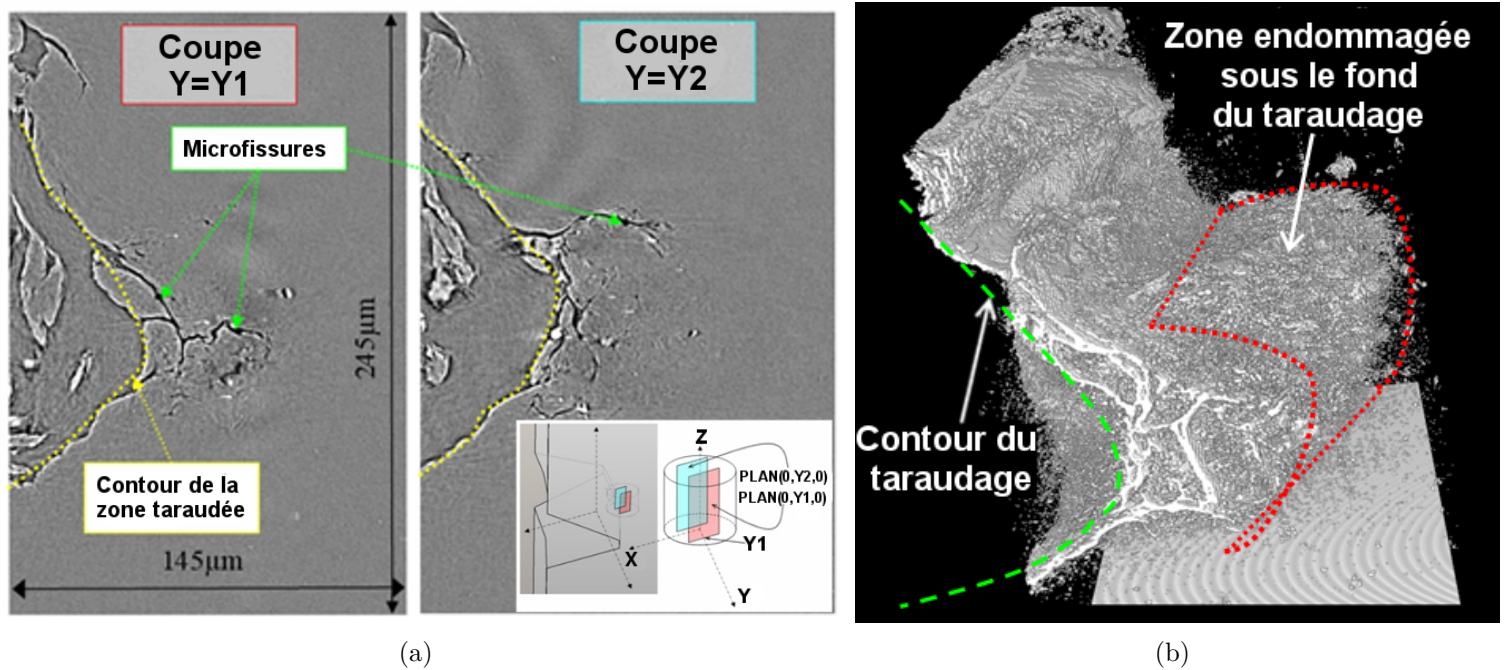


FIGURE II.18 – (a) : Observations tomographiques synchrotron en mode haute résolution menées sur la pièce industrielle après vissage-taraudage près du fond du taraudage et selon deux plans de coupe longitudinaux (Positions des deux plans de coupe au sein du volume d'intérêt indiquées en bas à droite de la figure); (b) : Visualisation 3D du volume d'intérêt mettant en évidence la zone endommagée par cavitation sous le fond du taraudage (images tomographiques binarisées avant reconstruction du volume en choisissant un niveau de seuillage incluant les micro-fissures et les craquelures visibles).

lifiée de rupture fragile ou rupture par craquelure tandis que celle intervenant à une pression hydrostatique faible est une rupture par déchirure ductile.

Ainsi les essais de caractérisation doivent permettre d'étudier le comportement du matériau lorsque celui-ci est soumis à une pression hydrostatique représentative du procédé. La conduite d'essais de traction à partir d'éprouvettes lisses sont incontournables étant donné qu'ils permettent notamment d'accéder au coefficient de Poisson moyennant les mesures des déformations longitudinale et transversale, il n'en reste pas moins que ceux-ci sont insuffisants vis-à-vis de la richesse exigée de la base expérimentale. Afin d'enrichir cette base, on effectue des essais de traction sur des éprouvettes tubulaires entaillées au sein desquelles règnent un chargement multiaxial. Comme le montre la mécanique des éprouvettes entaillées de Bridgman la pression hydrostatique sur ce type de géométrie augmente à mesure que le rayon de l'entaille diminue. Afin d'explorer une pression représentative du procédé, on verra au cours de ce chapitre que l'on opte pour un rayon d'entaille de $60\ \mu\text{m}$ égal au rayon de courbure mesuré à l'extrémité du filet de la vis auto-taraudeuse. Notons que cette démarche, consistant à caractériser le comportement multiaxial du matériau en s'appuyant sur des essais de traction sur éprouvettes entaillées a déjà été éprouvée au cours de plusieurs études, dont certaines ont été menées au Centre des

Matériaux de Mines ParisTech. Lafarge [Lafarge, 2004] a notamment étudié le comportement multiaxial d'un grade de PVDF en réalisant des essais de traction monotones sur des éprouvettes axisymétriques entaillées de différents rayons d'entaille afin d'étudier la dépendance de ce comportement vis-à-vis du taux de triaxialité des contraintes. Regrain [Regrain, 2009] a effectué des essais de traction et de fluage sur des éprouvettes du même type afin d'étudier l'influence de l'humidité sur le comportement du PA6. Finalement, on rappelle que Boisot [Boisot et al., 2011] a étudié l'influence du vieillissement sur le comportement du PA11 pur et renforcé choc en conduisant des essais de traction sur ce genre d'éprouvette. Rappelons qu'au cours des études qui sont citées précédemment, les auteurs utilisent des éprouvettes entaillées dont les rayons en fond d'entaille vont de 5 mm à 0,5 mm. Le rayon de 0,06 mm choisi dans le cadre de cette étude constitue donc une limite basse peu explorée où l'entaille s'apparente davantage à une fissure «naturelle». Finalement, mentionnons également le fait que les éprouvettes entaillées couramment utilisées présentent une géométrie cylindrique (cylindre plein) tandis que l'on verra par la suite que l'étude de caractérisation s'appuie ici sur des éprouvettes entaillées dont la géométrie est tubulaire (cylindre creux).

B.II Comportement uniaxial : Essais de traction sur éprouvettes lisses

B.II.1 Protocole expérimental

La campagne expérimentale de caractérisation du comportement mécanique débute par la conduite d'essais de traction monotone sur des éprouvettes lisses dont la géométrie est imposée par celle de la pièce industrielle de référence, à savoir un tube, prélevé par usinage sur un insert de fixation, de hauteur 12 mm, de diamètre intérieur 3,5 mm et de diamètre extérieur 6,55 mm (cf. figure II.19(a)).

Une solution technique de maintien de l'échantillon au cours du chargement appliqué est élaborée en fonction de leur géométrie tubulaire. Elle consiste à transmettre les efforts au moyen de deux vis longues à filetage métrique comme indiqué sur la figure II.19(b). Comme on peut le voir sur la figure II.19(a), on vient tarauder la surface intérieure du tube de façon à pouvoir créer une liaison hélicoïdale entre la tige filetée et l'éprouvette. On peut finalement voir sur la figure que les deux vis sont bloquées au niveau des têtes par un système de coquilles ce qui permet de transmettre les efforts entre la traverse et les tiges filetées. On réalise ainsi une série de cinq essais de traction sur ces éprouvettes tubulaires lisses (TL) en considérant une vitesse de déplacement de traverse de 2 mm/min. Ces essais sont par ailleurs réalisés dans une salle climatisée dont la température est maintenue constante à 20°C.

Remarque à propos du choix de la vitesse de déplacement traverse imposée :

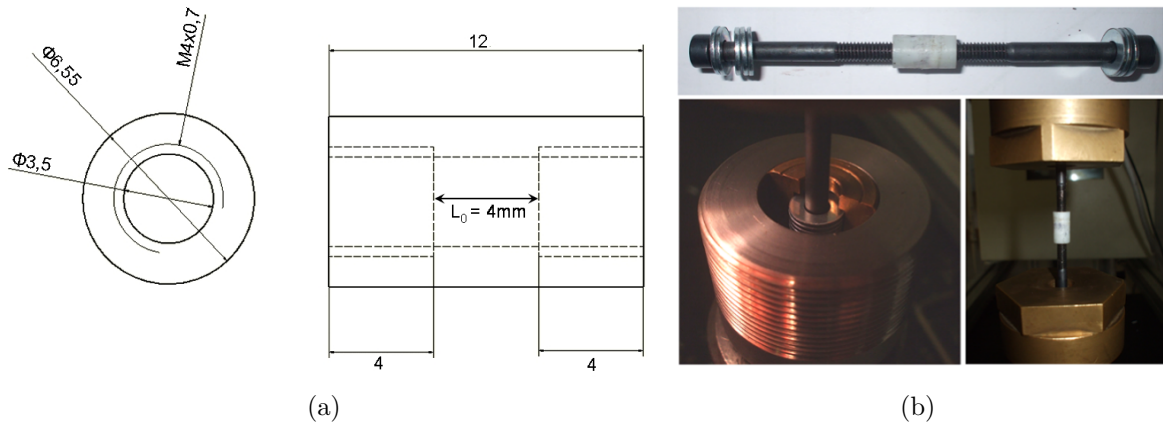


FIGURE II.19 – (a) : Plan des éprouvettes de traction tubulaires lisses (TL); (b) : Solution technique pour la transmission des efforts au cours de l'essai de traction monotone sur les éprouvettes TL.

Notons que l'on a constaté au cours de cette campagne que la tenue mécanique du dispositif utilisé pour le maintien des éprouvettes lisses au cours du chargement était peu robuste et ne permettait pas d'explorer le comportement du matériau à des niveaux de contrainte axiale nominale supérieurs à 40 MPa, ce qui est relativement faible du point de vue de la contrainte axiale maximale indiquée dans la littérature. A noter à ce propos que Desbonnet [Desbonnet, 2006] indique une contrainte maximale de traction d'environ 68 MPa sur un grade de POM copolymère similaire à celui étudié durant cette étude (cf. figure II.20).

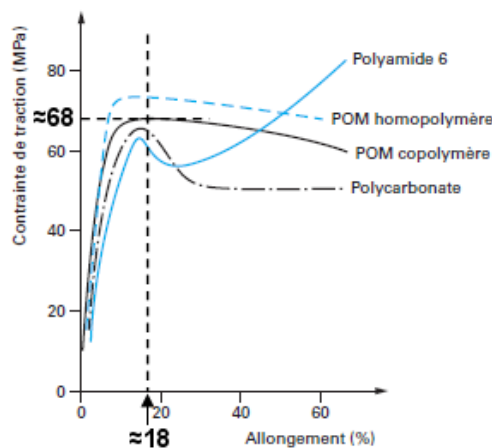


FIGURE II.20 – Courbes allongement-contrainte, en traction, à 23°C [Desbonnet, 2006].

On a par ailleurs constaté que le glissement dans les mors était de plus en plus précoce à mesure que l'on augmentait la vitesse de déplacement traverse. La sensibilité du matériau à la vitesse de sollicitation n'a donc pas été mise en exergue sur les éprouvettes lisses. On verra au cours de ce chapitre que la viscosité du matériau est finalement étudiée en optant pour une

démarche consistant à réaliser plusieurs essais de traction sur éprouvettes entaillées conduits à différentes vitesses de déplacement traverse.

Concernant la mesure de la déformation nominale ($\varepsilon = \Delta L/L_0$), celle-ci est obtenue grâce à un dispositif d'extensométrie optique composé d'une caméra haute résolution et d'un logiciel d'analyse des images conçu pour suivre en temps réel l'écart entre deux marqueurs sélectionnés sur la surface externe de l'échantillon préalablement recouverte d'un mouchetis de peinture (cf. figure II.21(a)). Ainsi on mesure au cours des essais les déformations nominales correspondant aux composantes $\varepsilon_{zz}(r = r_2) = \Delta L_{AB}/L_{AB_0}$ et $\varepsilon_{\theta\theta}(r = r_2) = \Delta L_{CD}/L_{CD_0}$. A noter que les écarts initiaux L_{AB_0} et L_{CD_0} valent respectivement environ 0,6 mm et 1 mm. Rappelons que l'écart initial L_{AB_0} ainsi que les dimensions des marqueurs (0,5 mm × 0,5 mm) sont déterminées en fonction des résultats d'un examen préalable de l'homogénéité du champ de déformation nominal en surface.

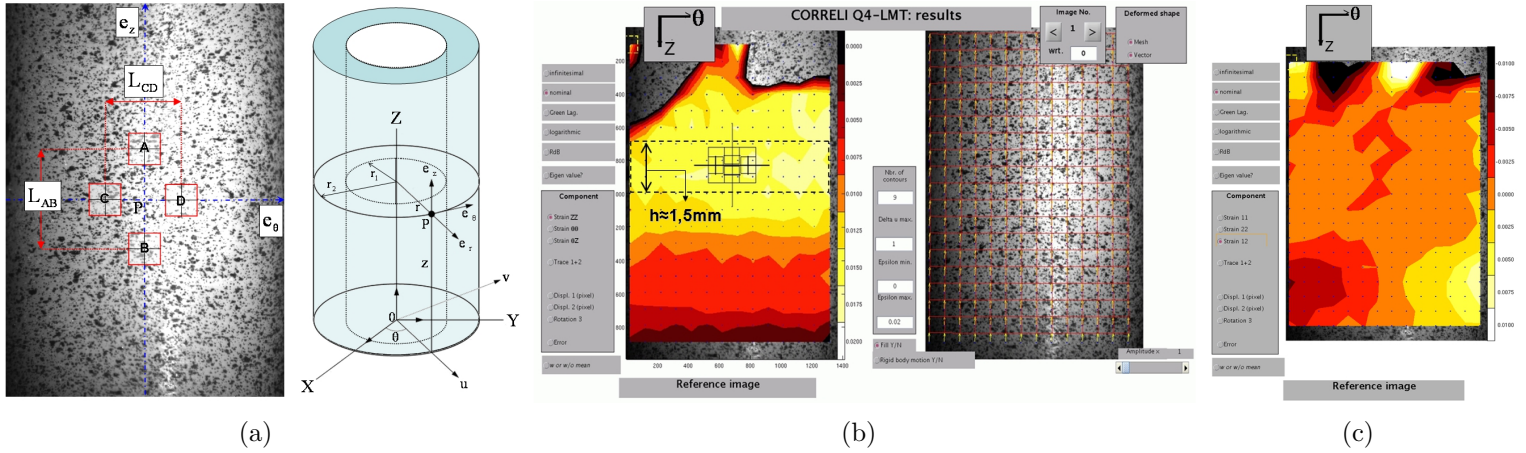


FIGURE II.21 – (a) : Sélection des marqueurs sur l'image vidéo de la surface externe mouchetée de l'une des éprouvettes TL ; (b) : Visualisation de la composante ε_{zz} du champ de déformation nominale en surface ; (c) : Visualisation de la composante $\varepsilon_{\theta z}$ du champ de déformation nominale en surface.

Pour cet examen on fait appel au logiciel Correli Q4 [Hild & Roux, 2008] développé au LMT Cachan qui est capable de corréler certaines composantes du champ de déformation nominal par comparaison des images video de l'essai. On mesure ainsi la distribution de la composante ε_{zz} du champ de déformation nominale en surface pour l'un des essais réalisés (cf. figure II.21(b)). Ainsi on constate que la composante axiale dans la zone délimitée en pointillés est quasiment homogène. Concernant la composante de cisaillement ε_{12} , on peut voir sur la figure II.21(c) que celle-ci est négligeable. Finalement, on choisit de considérer le cadre en pointillés de 1,5 mm de hauteur au centre de l'échantillon comme étant la zone utile de l'éprouvette ($L_0 \approx 1,5\text{mm}$). Suite à cette vérification, les marqueurs sont choisis systématiquement à l'intérieur de cette zone utile.

B.II.2 Résultats

B.II.2.1 Estimation du module de Young

On commence par présenter les courbes de la contrainte axiale vraie en fonction de la déformation axiale vraie pour les cinq essais de traction monotone réalisés à 20°C et 2 mm/min. Rappelons que d'une part la déformation axiale vraie est calculée à partir de la relation $\varepsilon_{zz}^v = \ln(1 + \varepsilon_{zz})$ fonction de la déformation axiale nominale et que d'autre part la contrainte axiale vraie s'obtient grâce à l'expression suivante :

$$\sigma_{zz}^v = \frac{F}{S_0} \exp(-2\varepsilon_{\theta\theta}^v) = \sigma_{zz} \exp(-2\varepsilon_{\theta\theta}^v) \quad (\text{II.3})$$

Avec $\sigma_{zz} = F/S_0$ la contrainte axiale nominale, s'obtenant en divisant la force par l'aire initiale de la section tubulaire de l'éprouvette ($\pi \cdot (6,55^2 - 3,5^2)/4 \approx 24,07 \text{ mm}^2$), et $\varepsilon_{\theta\theta}^v = \ln(1 + \varepsilon_{\theta\theta})$ la déformation tangentielle vraie, fonction de la déformation tangentielle nominale que l'on mesure expérimentalement. Afin de vérifier la démonstration de l'équation (II.3) on propose de consulter l'annexe B.1.

Ainsi on peut voir sur le graphe de la figure II.22 l'ensemble des courbes obtenues. On remarque tout d'abord que le manque de tenue mécanique dans les mors évoqué précédemment provoque effectivement une interruption précoce des essais ce qui ne permet pas d'explorer le comportement du matériau au delà de 4,2%. A noter que l'on obtient une dispersion assez faible sur le niveau de contrainte puisque si l'on se place à la fin de l'essai le plus court, c'est à dire celui se terminant à 1,75% de déformation, la dispersion, par rapport à la moyenne qui est de 31 MPa, vaut au maximum 7%. On estime par ailleurs le module de Young à environ 2,55 GPa comme indiqué sur la figure. En comparaison, on rappelle que le module de Young mesuré à partir des résultats des essais de nano-indentation instrumentés (cf. §D du chapitre 1) est compris entre 2,5 GPa (couche de peau) et 3,1 GPa (couche de cœur). Ainsi le module de Young obtenu à partir des essais sur éprouvettes lisses est proche de celui mesuré par nano-indentation dans la couche de peau. Précisons finalement que les données du constructeur correspond au grade de POM étudié indiquent un module de Young à 23°C et 1 mm/min de 2,1 GPa [Ticona, 2006].

B.II.2.2 Estimation du coefficient de Poisson

Le coefficient de Poisson du matériau est estimé en exploitant les déformations axiale et tangentielle vraies à travers l'expression $\nu = -\varepsilon_{\theta\theta}^v / \varepsilon_{zz}^v$. On peut voir sur le graphe de la figure II.23 l'évolution du coefficient de Poisson en fonction de la déformation axiale vraie. On constate tout d'abord que la courbe de l'évolution du coefficient de Poisson n'est pas exploitable en dessous d'environ 1% de déformation axiale car très fortement bruitée. Ainsi vers 1% de déformation le

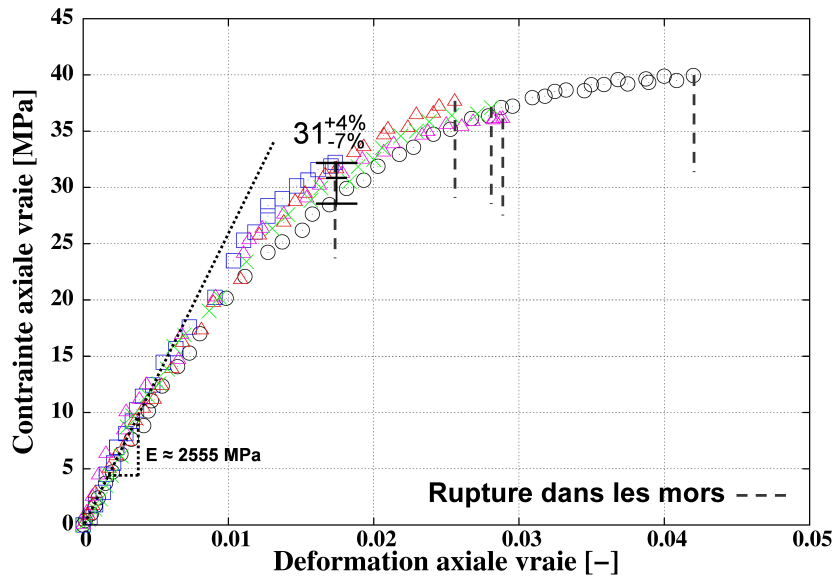


FIGURE II.22 – Courbes contrainte axiale vraie-déformation axiale vraie pour les essais de traction monotone réalisés sur éprouvettes TL à 20°C et 2mm/min.

coefficient vaut environ 0,43 puis celui-ci décroît progressivement jusqu'à la fin de l'essai pour finalement atteindre à peu près 0,33. On choisit finalement de prendre la moyenne entre 0,43 et 0,33 c'est à dire 0,38, valeur concordante avec celle indiquée par le constructeur [Ticona, 2002] à savoir 0,37.

B.III Comportement multiaxial : Essais de traction sur éprouvettes entaillées

La campagne expérimentale de caractérisation du comportement du matériau se poursuit par des essais de traction monotone sur éprouvettes tubulaires entaillées (TE). Comme déjà mentionné au paragraphe B.I, ce type de géométrie permet d'explorer le comportement multiaxial du matériau où les taux de triaxialité des contraintes sont supérieurs au taux de 0,33 obtenu sur une géométrie d'éprouvette lisse. On verra également au cours de ce paragraphe qu'il est possible d'explorer des domaines de triaxialité de plus en plus élevés à mesure que l'on diminue le rayon de l'entaille. Ainsi en considérant plusieurs rayons on est en mesure d'étudier la dépendance du comportement du matériau vis-à-vis de l'intensité de la pression hydrostatique, le taux de triaxialité des contraintes étant égal à cette pression divisée par la contrainte équivalente au sens de Von Mises. Afin d'étayer ce propos, on propose d'introduire ce paragraphe en rappelant les fondements de la mécanique des éprouvettes entaillées.

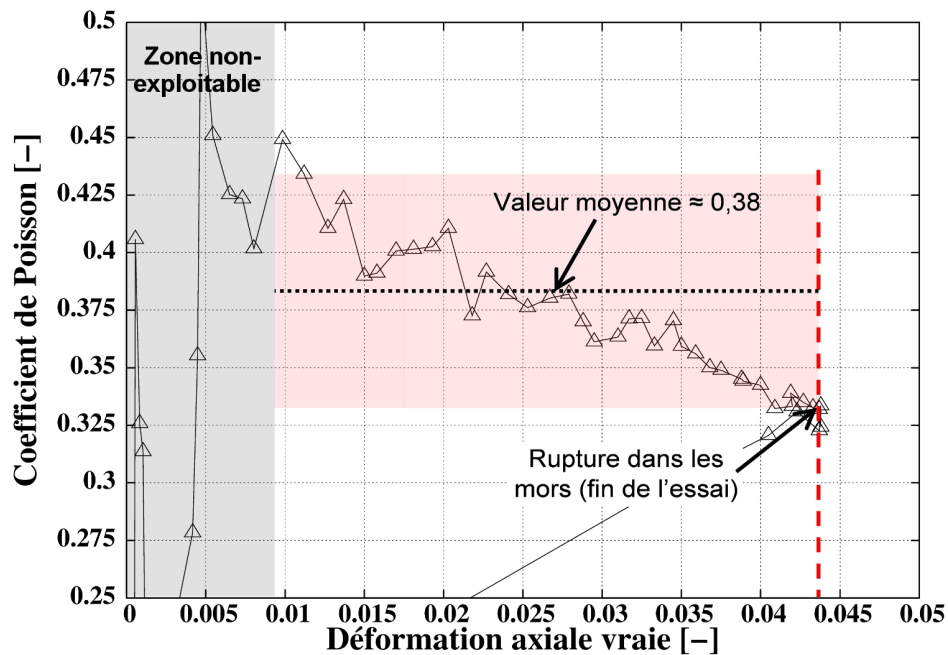


FIGURE II.23 – Évolution du coefficient de Poisson en fonction de la déformation axiale vraie.

B.III.1 Mécanique des éprouvettes entaillées

Pour rappel, Bridgman [Bridgman, 1944] parvient en 1943 à calculer analytiquement et de façon approchée les composantes du tenseur des contraintes généré dans une éprouvette axisymétrique entaillée de rayon d'entaille R et de rayon de section minimale a (cf. figure II.24).

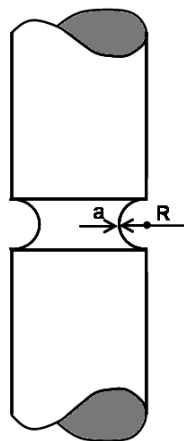


FIGURE II.24 – Schéma de la géométrie de l'éprouvette entaillée considérée par Bridgman (tiré de [François et al., 1993])

Afin de simplifier le problème complexe posé, Bridgman considère dans son calcul l'hypothèse selon laquelle à $z=0$ les déformations radiales ε_{rr} et tangentielles $\varepsilon_{\theta\theta}$ sont égales ce qui

engendre l'égalité des contraintes radiales et tangentielles σ_{rr} et $\sigma_{\theta\theta}$. La deuxième hypothèse est que le déviateur est indépendant de la coordonnée radiale r dans la section minimale $z=0$. Grâce à ces hypothèses, l'équation d'équilibre ainsi que le critère de plasticité, il démontre que :

$$\frac{d\sigma_{rr}}{dr} = -\frac{\sigma_{eq}}{\rho} \quad (\text{II.4})$$

Avec ρ , rayon de courbure des lignes isostatiques là où elles interceptent le plan $z=0$ et σ_{eq} contrainte équivalente au sens de Von Mises. Bridgman suppose par ailleurs que les lignes isostatiques peuvent être assimilées à des cercles qui coupent à angle droit la surface de l'entaille qui est torique. Grâce à ce raisonnement, l'auteur en déduit le rayon de courbure ρ qui vaut alors :

$$\rho = \frac{a^2 + 2aR - r^2}{2r} \quad (\text{II.5})$$

Par suite, l'intégration de l'équation différentielle II.4 conduit à :

$$\sigma_{rr}(r, z=0) = \sigma_{\theta\theta} = \sigma_{eq} \ln \left(1 + \frac{a^2 - r^2}{2aR} \right) \quad (\text{II.6})$$

ainsi qu'à :

$$\sigma_{zz}(r, z=0) = \sigma_{eq} \left[1 + \ln \left(1 + \frac{a^2 - r^2}{2aR} \right) \right] \quad (\text{II.7})$$

Ainsi le champ des contraintes régnant au sein de l'éprouvette est multiaxial. En regardant de plus près les expressions II.6 et II.7 on constate que sur la surface externe de l'éprouvette $\sigma_{rr}(r=a) = \sigma_{\theta\theta}(r=a) = 0$ et $\sigma_{zz}(r=a) = \sigma_{eq}$. Les composantes $\sigma_{rr}(r)$, $\sigma_{\theta\theta}(r)$ et $\sigma_{zz}(r)$ sont par ailleurs maximum au centre de l'échantillon et valent :

$$\sigma_{rr}(r=0, z=0) = \sigma_{\theta\theta}(r=0) = \sigma_{eq} \ln \left(1 + \frac{a}{2R} \right) \quad (\text{II.8})$$

ainsi que :

$$\sigma_{zz}(r=0, z=0) = \sigma_{eq} \left[1 + \ln \left(1 + \frac{a}{2R} \right) \right] \quad (\text{II.9})$$

On peut voir sur la figure II.25 la distribution des composantes du tenseur des contraintes tracées dans la section minimale d'une éprouvette axisymétrique entaillée.

Finalement, à partir des expressions (II.6) et (II.7) on peut en déduire en $z=0$ le taux de triaxialité des contraintes en fonction du rayon de l'entaille R , du rayon de section minimale a ainsi que de la coordonnée r . En effet, sachant que le taux de triaxialité des contraintes T s'obtient en divisant la contrainte hydrostatique par la contrainte équivalente, on aboutit à l'expression suivante :

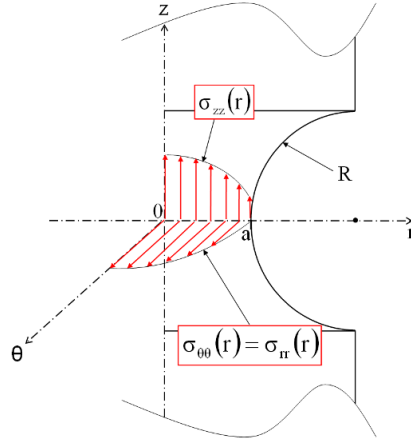


FIGURE II.25 – Distribution des composantes du champ des contraintes $\sigma_{rr}(r, z = 0)$, $\sigma_{\theta\theta}(r, z = 0)$ et $\sigma_{zz}(r, z = 0)$ dans la section minimale d'une éprouvette entaillée de rayon a et de rayon d'entaille R .

$$T(r, z = 0) = \frac{\sigma_m}{\sigma_{eq}} = \frac{2\sigma_{rr} + \sigma_{zz}}{3\sigma_{eq}} = \ln \left(1 + \frac{a^2 - r^2}{2aR} \right) + \frac{1}{3} \quad (\text{II.10})$$

Ainsi à partir de l'équation (II.10), on choisit de tracer, pour un rayon minimale $a=1$ mm, l'évolution du taux de triaxialité des contraintes en fonction de la position radiale r en considérant d'une part un rayon d'entaille de 1 mm et d'autre part un rayon de 0,1 mm (cf. figure II.26(a)). On constate donc sur le graphe de la figure II.26(b) que le domaine de taux de triaxialité exploré avec un rayon d'entaille de 0,1 mm est trois fois plus large qu'avec un rayon de 1 mm. De plus selon Bridgman la position du taux de triaxialité maximal reste constante et se situe au centre de l'éprouvette.

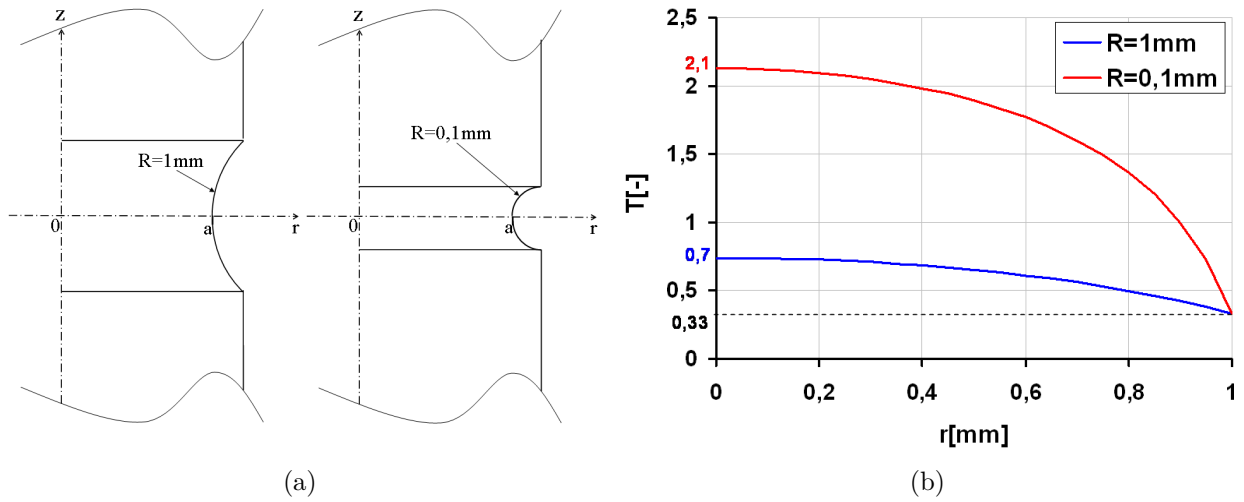


FIGURE II.26 – (a) : Géométries considérées des deux éprouvettes entaillées, de rayons d'entailles 1 mm et 0,1 mm; (b) : Comparaison de la distribution radiale du taux de triaxialité des contraintes en $z=0$ pour deux rayons d'entailles 1 mm et 0,1 mm.

On rappelle par ailleurs que Beremin [Beremin, 1980] propose une extension des travaux de Bridgman permettant d'approximer la distribution axiale du taux de triaxialité des contraintes. L'expression que Beremin obtient en $r=0$ est la suivante :

$$T(r = 0, z) = \frac{\sigma_m}{\sigma_{eq}} = \frac{1}{3} + \left(1 - 2 \left(\frac{z}{a}\right)^2\right) \ln \left(1 + \frac{a}{2R}\right) \quad (\text{II.11})$$

Finalement, on précise que les équations de Bridgman et de Beremin concernent le cas d'un cylindre plein et ne sont par conséquent pas directement applicables au cas étudié dans le cadre de cette étude où l'on verra au cours du prochain paragraphe que les éprouvettes entaillées considérées sont tubulaires.

B.III.2 Géométrie des éprouvettes

Les éprouvettes entaillées sont conçues en usinant une entaille sur la surface extérieure des éprouvettes TL. Notons que Comme on peut le voir sur les figures II.27(a) et II.27(b) deux rayons d'entaille différents sont considérés en conservant un rayon minimal constant de 2,5 mm.

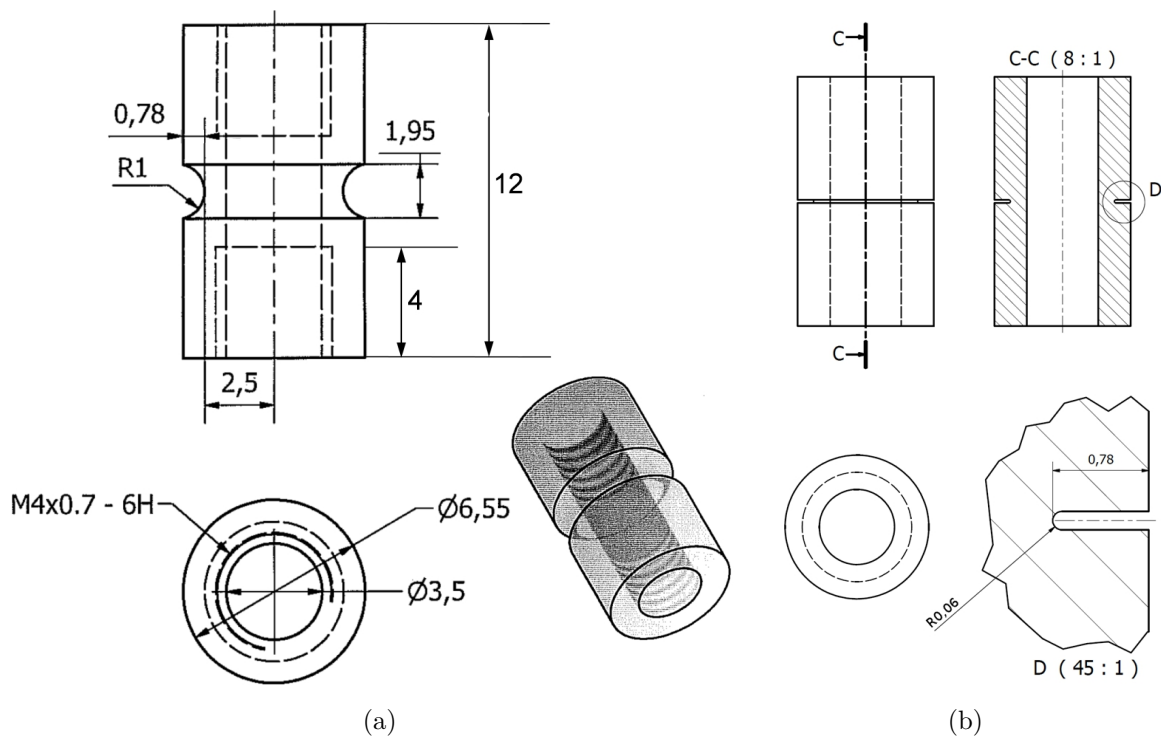


FIGURE II.27 – (a) : Géométrie des éprouvettes de traction entaillées de rayon 1 mm; (b) : Géométrie des éprouvettes de traction entaillées de rayon 0,06 mm

On voit tout d'abord sur la figure II.27(b) que la cote du rayon d'entaille indiquée sur le plan est de 0,06 mm. Ce rayon, choisi particulièrement faible, est justifié par le fait que l'on

souhaite explorer un domaine de taux de triaxialité des contraintes représentatif de l'application industrielle visée. En effet, rappelons que le rayon de courbure de la pointe du filet de la vis auto-taraudeuse, jouant le rôle d'indenteur, est d'environ $60\text{ }\mu\text{m}$. Ainsi théoriquement, et étant donné les observations MEB et tomographiques en fond de filet réalisées, on peut supposer qu'au cours de la phase d'indentation on assiste à l'ouverture imposée d'une entaille, créée par l'indenteur, dont le rayon est au moins égal au rayon de courbure du filet, et très probablement inférieur puisque comme on peut le voir une nouvelle fois sur la figure II.16(a), il n'y a priori pas de contact entre le filet et le fond de l'entaille, du moins à partir du moment où celle-ci commence à se propager. Il s'agit donc de parvenir à usiner un rayon d'entaille d'éprouvette se rapprochant le plus possible du rayon de courbure de la vis, c'est à dire $0,06\text{ mm}$, de façon à étudier le comportement du matériau en se plaçant dans des conditions semblables en termes de pression hydrostatique. Notons que l'outil de coupe permettant la réalisation d'une telle cote de rayon d'entaille ne pouvait être usiné qu'au fil à électro-érosion. Ainsi après usinage de l'outil puis de l'entaille, des observations au microscope optique ont été effectuées et ont montrées que le rayon valait bien approximativement $0,06\text{ mm}$ (cf. figure II.28).

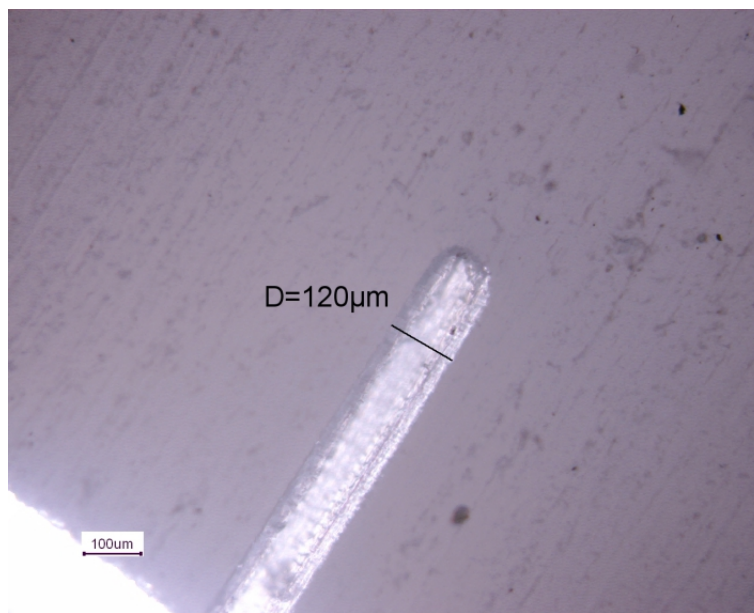


FIGURE II.28 – Observation au microscope optique d'une coupe longitudinale de l'une des éprouvettes de traction entaillées de rayon théorique $0,06\text{ mm}$

Par ailleurs, on considère un deuxième rayon d'entaille de 1 mm (cf. figure II.27(a)) dans le but d'élargir le champ d'investigation du taux de triaxialité des contraintes. A noter que l'intérêt de considérer ces deux géométries d'entaille est de pouvoir étudier les effets d'une pression hydrostatique intense sur le comportement du matériau (possible changement de la localisation de l'endommagement maximal avec la diminution du rayon d'entaille, notamment constaté par Cayzac [Cayzac et al., 2013]) en comparant les réponses expérimentales obtenues

sur les deux éprouvettes tubulaires entaillées 1 mm (TE1) et 0,06 mm (TE0,06).

B.III.3 Dispositif expérimental

Commençons ce paragraphe en rappelant les modifications techniques apportées au dispositif de fixation des éprouvettes. On peut tout d'abord voir sur les figures II.29(a) II.29(b) et II.29(c) la machine de traction utilisée. On remarque que celle-ci est munie d'un four de façon à pouvoir effectuer les essais en températures. Ainsi le schéma de la figure II.29(c) détaille le dispositif employé pour le maintien des éprouvettes au cours du chargement. On constate que la robustesse de celui-ci est augmentée très significativement grâce à la conception de deux manchons réduits emboîtés de chaque côté de l'éprouvette, fixés par collage sur la surface extérieure de l'échantillon et en liaisons hélicoïdales avec la tige filetées par où transitent les efforts de traction. Ce système, que l'on peut voir sur la figure, est donc conçu de telle sorte que la colle répartie uniformément sur la surface extérieure de l'échantillon, soit sollicitée en cisaillement durant le chargement, conférant ainsi un bien meilleur maintien des échantillons.

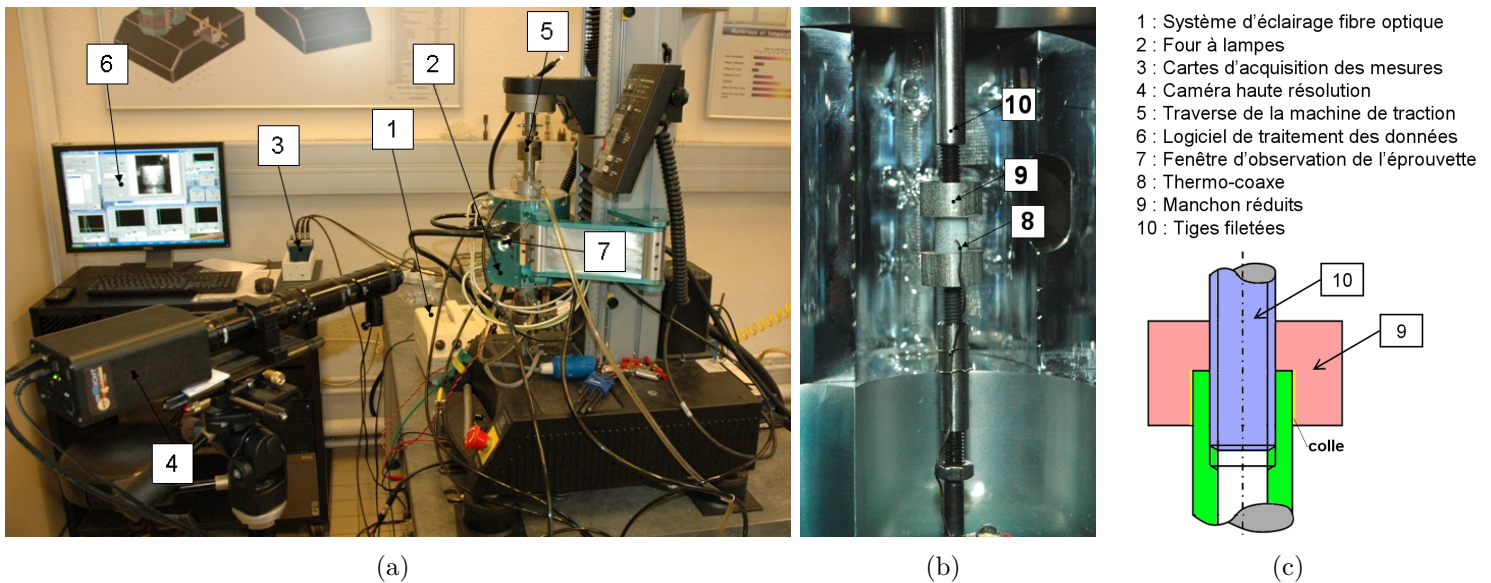


FIGURE II.29 – (a) : Photo de la machine de traction utilisée pour la conduite des essais sur éprouvettes TE; (b) : Photo du dispositif de fixation des éprouvettes TE; (c) : Légende et vue en coupe du dispositif de fixation des éprouvettes TE.

Notons que la mesure de l'ouverture de l'entaille est obtenue en utilisant la technique d'extensométrie optique déjà présentée au paragraphe B.II.1. On sélectionne ainsi les marqueurs de part et d'autre de l'entaille comme indiqué sur la figure II.30(a). On mesure également une deuxième variable observable sur l'éprouvette TE1 que l'on nomme abusivement «réduction diamétrale», cette variable correspondant plus exactement à une approximation du déplacement radial relatif entre les parois externe du tube (cf. figure II.30(b)).

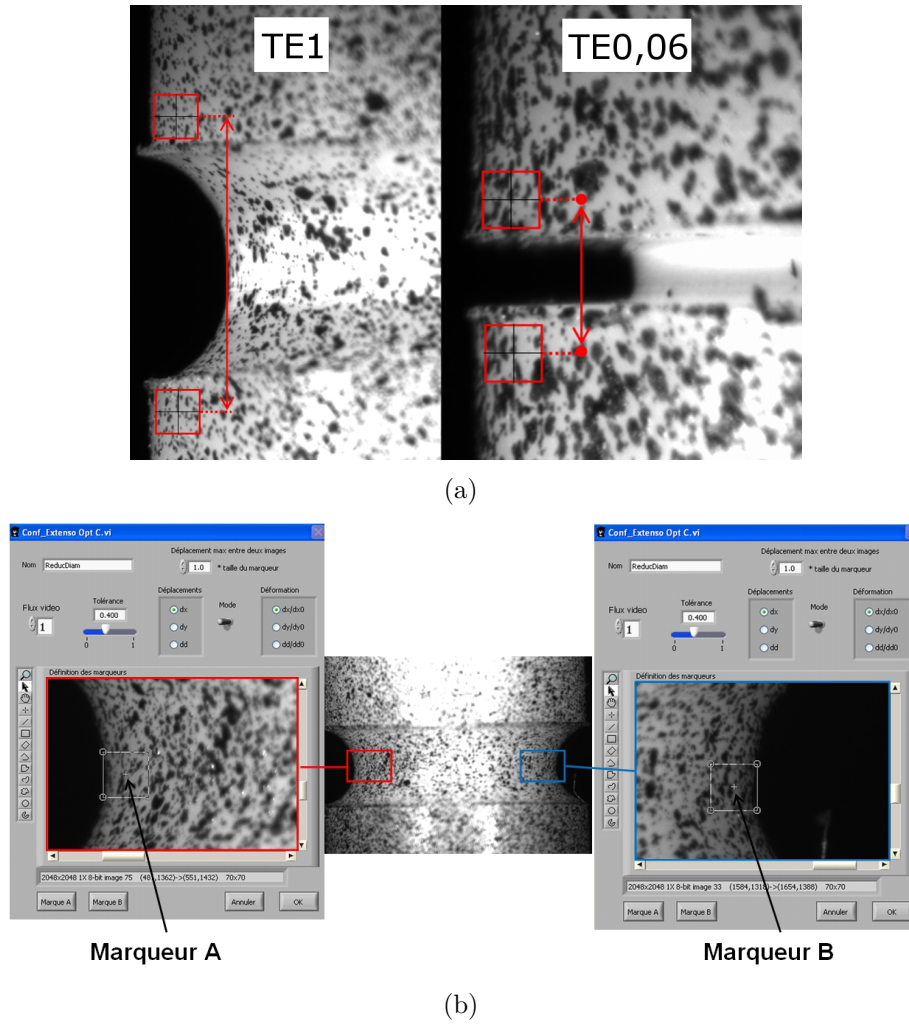


FIGURE II.30 – (a) : Positionnement des marqueurs sur les éprouvettes TE1 et TE0,06 pour la mesure de l'ouverture d'entaille par extensométrie optique ; (b) : Positionnement des marqueurs sur l'éprouvette TE0,06 pour la mesure de la réduction diamétrale par extensométrie optique.

B.III.4 Résultats : Effet d'entaille sur le comportement

On compare au cours de ce paragraphe les allures des courbes globales contrainte nette-ouverture d'entaille (cf. figures II.31(a), II.31(b) et V.2) obtenues à 2 mm/min et 20°C sur les deux rayons d'entaille considérés. En ce qui concerne tout d'abord les réponses mécaniques obtenues sur les éprouvettes TE1, on constate l'existence d'un plateau sur lequel la contrainte nette mesurée est quasiment constante jusqu'à la rupture de l'éprouvette. Rappelons que la contrainte nette s'obtient en divisant la force par la section nette égale à la section minimale initiale ($\sigma_{nette} = F/S_{min}^0 = F/S_{nette}$). Notons que lorsque l'on observe la réduction diamétrale sur le graphe de la figure II.31(b) on voit que celle-ci croît constamment jusqu'à la fin de l'essai, atteignant finalement environ 40 μm juste avant la rupture de l'éprouvette. De plus, on sait que le blanchiment apparaissant dans la zone de striction des éprouvettes au cours du chargement

(cf. figure II.30(a)) se traduit à l'échelle microscopique par une augmentation du taux volumique de vide engendrant de ce fait une diminution de la section effective. Plusieurs auteurs, tels que Andrews [Andrews & Piercy, 1986] et Schirrer [Schirrer et al., 1997], ont montré que le blanchiment apparaissant à l'œil nu est dû à une modification de la transmission de la lumière avec l'orientation et la croissance des cavités en cours de déformation. On en déduit donc que la chute de l'effort due à la réduction diamétrale ainsi qu'à la diminution de la section effective est compensée par un autre phénomène, celui du rhéo-durcissement. Notons que le phénomène de rhéo-durcissement dans les polymères s'explique principalement par la mise en tension des chaînes macromoléculaires de la phase amorphe. Au départ enchevêtrées entre les lamelles cristallines, celles-ci s'orientent sous l'effet de la déformation dans la direction de sollicitation ce qui engendre une augmentation de la rigidité de la phase amorphe du polymère semi-cristallins [Argon, 1973].

Le comportement observé sur les éprouvettes TE0,06 présente des différences importantes. En effet, les courbes que l'on peut voir sur la figure II.31(c) présentent une allure de forme en «cloche» sans plateau avec une ouverture d'entaille avant rupture environ deux fois plus faible que sur les TE1, dénotant un comportement «fragilisé» par la forte diminution du rayon de l'entaille. On assiste dans le cas des éprouvettes TE0,06 à la diminution progressive du niveau de l'effort jusqu'à la rupture finale de l'échantillon. On peut donc supposer que le rhéo-durcissement n'est pas suffisamment élevé pour pouvoir compenser la chute de l'effort due notamment à la croissance du taux volumique de vide. Sachant que le phénomène de rhéo-durcissement se produit lors de l'étirement des fibrilles de la phase amorphe, on peut en effet penser que ce phénomène est d'autant moins prononcé que le rayon d'entaille est faible étant donné que la déformation dans la direction de sollicitation, et donc l'étirement des chaînes macromoléculaires, est moins importante.

On constate par ailleurs que la contrainte nette maximale atteinte sur les éprouvettes TE0,06 n'est pas supérieure à celle mesurée sur les TE1 malgré l'augmentation importante du taux de triaxialité des contraintes. Au contraire Lafarge [Lafarge, 2004], après avoir réalisé des essais de traction sur des éprouvettes axisymétriques entaillées (AE4, AE3, AE0,8 et AE0,15), constituées d'un grade de PVDF, avait constaté une augmentation relativement marquée de l'effort maximal à la saturation avec la diminution du rayon de l'entaille. Cette augmentation est néanmoins significative uniquement entre les éprouvettes AE4 et AE3 (≈ 80 N), celle entre AE3 et AE0,8 restant relativement faible (≈ 20 N) tandis que l'écart entre les AE0,8 et AE0,15 est pratiquement nul. A noter qu'une comparaison pourrait être faite avec l'étude ici présente en faisant le parallèle entre l'écart sur la force maximale obtenu par Lafarge entre les AE0,8 et AE0,15 et celui constaté entre les TE1 et TE0,06 sur le POM étudié dans le cadre de cette étude, les gammes de taux de triaxialité des contraintes explorées étant relativement proches. Boisot [Boisot et al., 2011] a réalisé le même type d'essai mais en considérant des AE4, AE1,6,

AE1,2 et AE0,8. L'auteur a ainsi constaté une augmentation constante de la contrainte nette maximale à la saturation avec la diminution du rayon de l'entaille, l'écart observé entre les AE4 et AE0,8 étant d'environ 10 MPa. On montrera au cours du prochain chapitre que le taux de triaxialité des contraintes très élevé sur les TE0,06 induit une vitesse d'endommagement ainsi qu'un taux de porosité importants. Ainsi l'augmentation de la contrainte nette maximale à la saturation due à la diminution du rayon de l'entaille serait entièrement compensée par l'adoucissement de la contrainte lié à la croissance des cavités au sein du matériau.

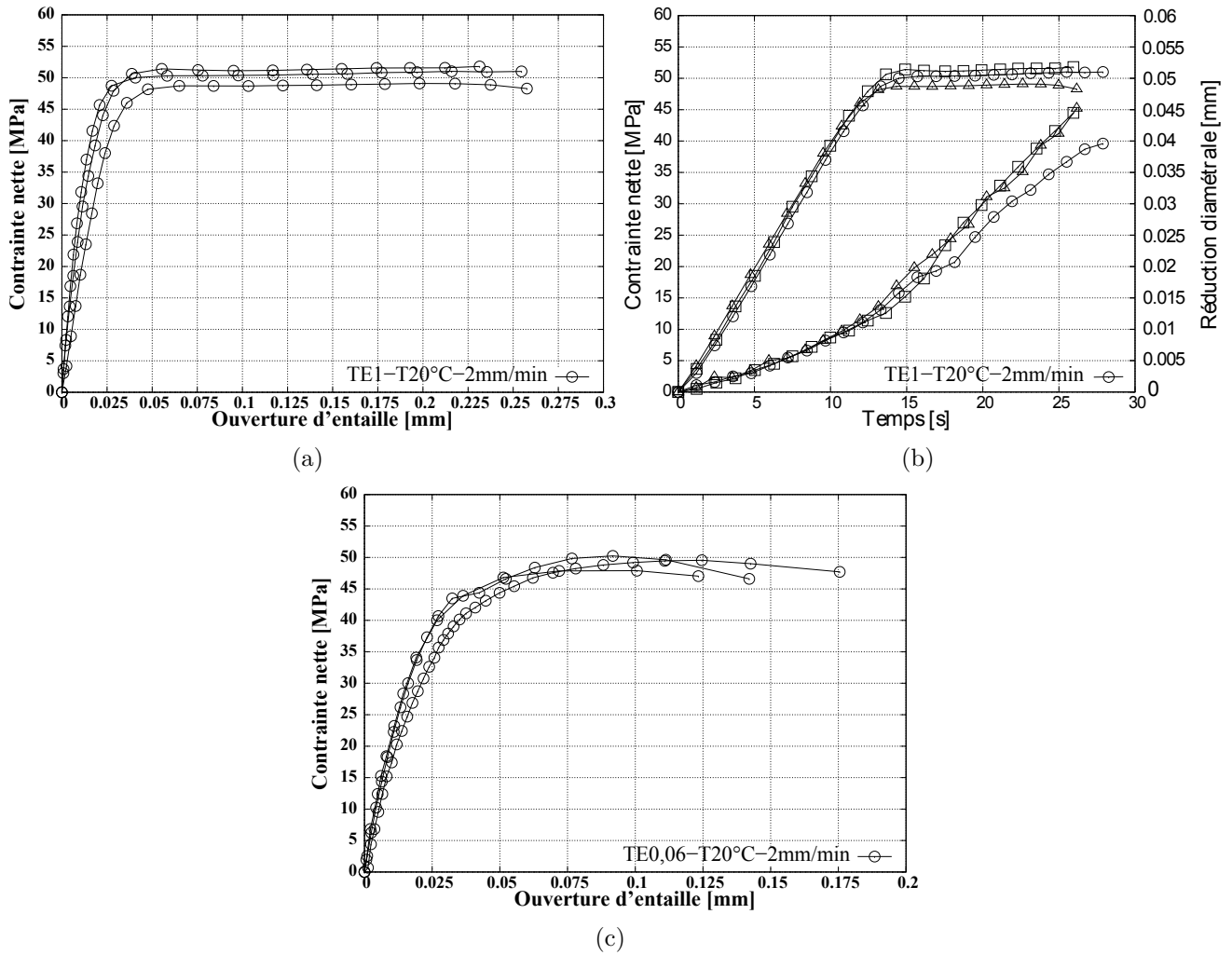


FIGURE II.31 – (a) : Courbes contrainte nette-ouverture d'entaille correspondant aux essais réalisés à la vitesse de déplacement de traverse imposée de 2 mm/min dans une salle climatisée à 20°C sur les éprouvettes TE1 ($\sigma_{nette} = F/S_{min}^0 = F/S_{nette}$); (b) : Courbes contrainte nette-temps et réduction diamétrale-temps correspondant aux essais réalisés à la vitesse de déplacement de traverse imposée de 2 mm/min dans une salle climatisée à 20°C sur les éprouvettes TE1 ;(c) : Courbes contrainte nette-ouverture d'entaille correspondant aux essais réalisés à 2 mm/min dans une salle climatisée à 20°C sur les éprouvettes TE0,06.

B.III.5 Influence de la température

On commente désormais les résultats des essais effectués dans la gamme de température estimée lors de la mesure de l'échauffement au cours du procédé de vissage-taraudage (voir le §A.I), gamme comprise entre 20°C et 85°C. On réalise ainsi à la vitesse de déplacement de traverse imposée de 2 mm/min et sur les deux types d'éprouvettes TE1 et TE0,06 des essais de traction monotone aux températures 60°C et 85°C. Notons que la température de 60°C reflète le comportement mécanique moyen entre 20°C et 85°C, 85°C correspondant on le rappelle à la limite supérieure de la plage estimée grâce à la thermographie infrarouge. En effet, comme le montre les figures II.32(a) et II.32(b), on constate qu'à 60°C le niveau de contrainte maximal atteint correspond approximativement à la moyenne des niveaux de contrainte maximaux mesurés à 20°C et 85°C. De ce fait on suppose que le comportement mécanique à cette température peut-être qualifié d'intermédiaire permettant de ce fait une bonne discrétisation lors de l'identification future de la loi de comportement retenue. Ainsi les courbes des figures II.32(a) et II.32(b) montrent une chute générale des propriétés mécaniques avec la température, à savoir une diminution du niveau de contrainte maximale ainsi qu'une augmentation de l'ouverture d'entaille avant rupture. On constate d'autre part qu'à 85°C le rhéo-durcissement vient compenser plus tardivement la perte de charge due à l'endommagement sur les éprouvettes TE1. En outre, l'augmentation de la température influence assez peu l'allure des courbes contrainte nette-ouverture d'entaille sur les éprouvettes TE0,06.

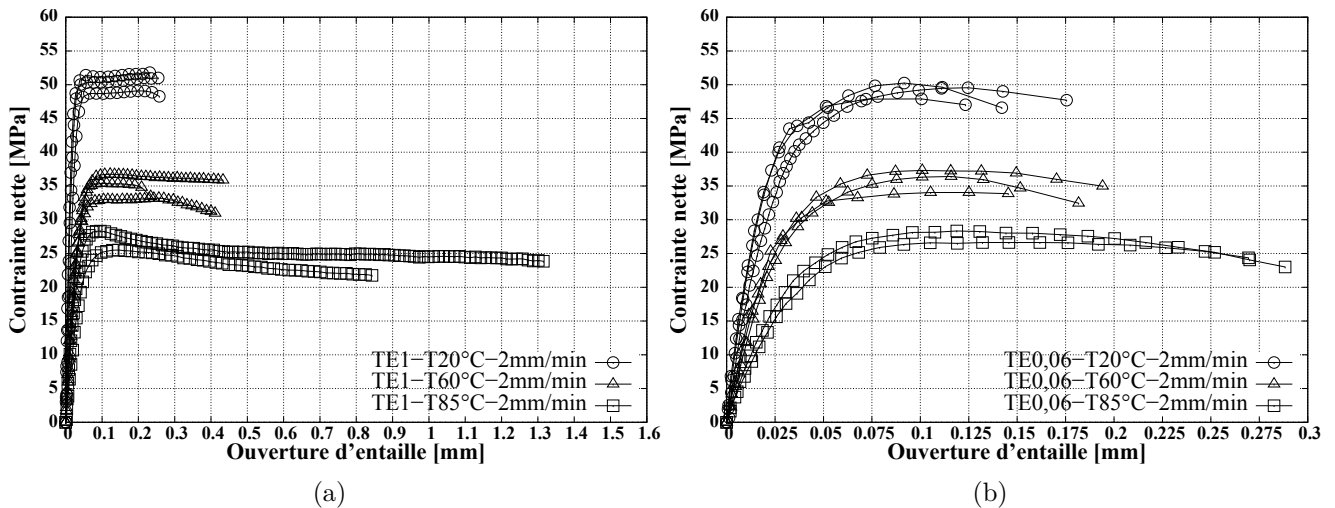


FIGURE II.32 – (a) : Courbes contrainte nette-ouverture d'entaille correspondant aux essais sur TE1 réalisés à 60°C et 85°C à la vitesse de déplacement de traverse imposée de 2 mm/min ; (b) : Courbes contrainte nette-ouverture d'entaille correspondant aux essais sur TE0,06 réalisés à 60°C et 85°C à la vitesse de déplacement de traverse imposée de 2 mm/min.

B.III.6 Mise en exergue de la viscosité

Afin d'évaluer la sensibilité du matériau à la vitesse de sollicitation, des essais à différentes vitesses de déplacement de traverse imposées sont effectués à chaque température explorée mais uniquement sur les éprouvettes TE1. On explore ainsi les vitesses 20 mm/min, 200 mm/min et 500 mm/min. Tout d'abord à 20°C, on constate sur les courbes de la figure II.33(a) que l'augmentation de la contrainte nette maximale due à la vitesse, est d'environ 5 MPa entre 2 mm/min et 20 mm/min, tandis qu'elle vaut à peu près 10 MPa entre 2 mm/min et 200 mm/min. On peut par ailleurs voir sur la figure II.33(b) que cet accroissement diminue avec l'élévation de la température, sachant que celui-ci vaut à peu près 7 MPa à 60°C et qu'il est négligeable à 85°C. Notons finalement qu'à la température ambiante une vitesse supplémentaire est explorée à savoir 500 mm/min. Cette vitesse correspond en réalité à la vitesse limite au delà de laquelle on juge que la machine de traction utilisée ne suit plus de façon acceptable la consigne imposée. On fait donc le constat sur la figure II.33(b) que la contrainte nette maximale atteinte à cette vitesse est inférieure à celle obtenue à 200 mm/min. Quid alors d'une compétition entre le phénomène d'adoucissement de la contrainte lié à l'auto-échauffement du matériau (question non traitée dans cette étude) avec la vitesse de sollicitation élevée et celui de l'augmentation de la contrainte liée à la viscosité, compétition qui serait perdu par la viscosité à 500 mm/min.

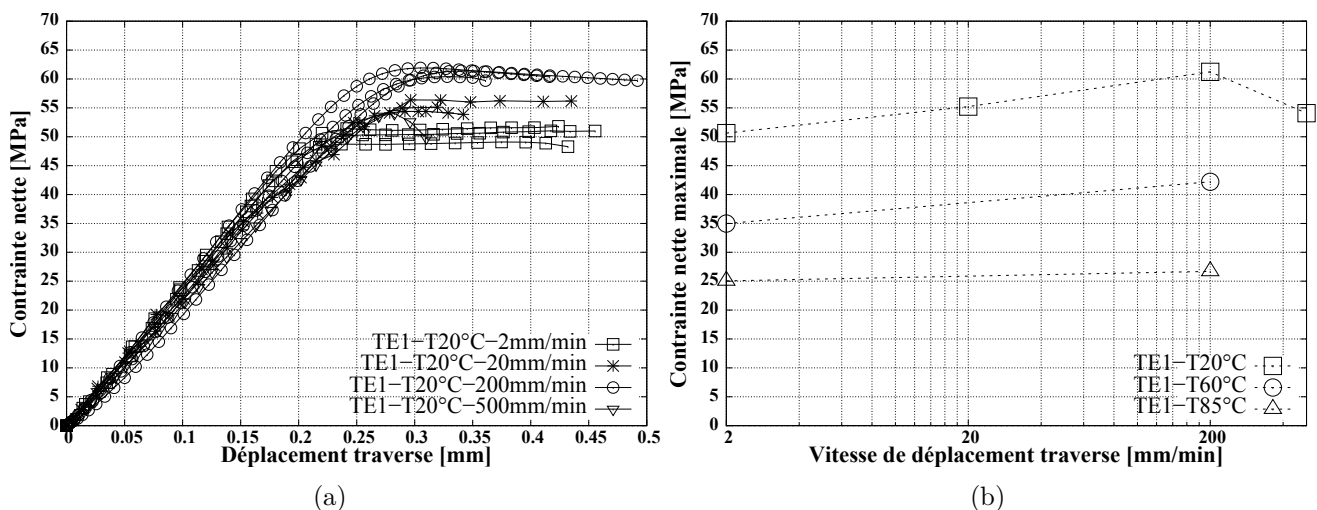


FIGURE II.33 – (a) : Courbes contrainte nette-déplacement traverse correspondant aux essais sur TE1 réalisés à 20°C aux vitesses de déplacement de traverse imposées de 2 mm/min, 20 mm/min, 200 mm/min et 500 mm/min ; (b) : Évolution de la contrainte nette maximale en fonction de la vitesse de déplacement traverse pour chaque température explorée.

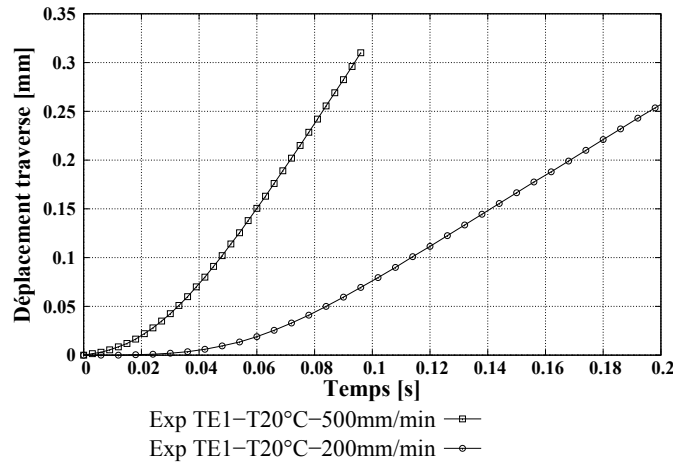


FIGURE II.34 – Courbes déplacement traverse-temps correspondant aux essais sur TE1 réalisés à 20°C aux vitesse de déplacement de traverse imposée de 200 mm/min et 500 mm/min.

Conclusion

La première partie de ce chapitre était consacrée à l'investigation du procédé industriel. Ainsi cette investigation débuta par une étude expérimentale visant à mesurer, par thermographie infrarouge, l'élévation de la température superficielle due à la friction au cours de la phase de vissage-taraudage. Les résultats de cette étude ont notamment permis de préciser la campagne de caractérisation du comportement du matériau du point de vue de la gamme de température à explorer. La caméra infrarouge a en effet enregistré au cours de l'assemblage une température superficielle maximale d'environ 83°C à l'interface de contact entre la vis métallique et le bossage en POM, justifiant de ce fait que les essais mécaniques de caractérisation soient réalisées de la température ambiante jusqu'à cette température. Par ailleurs, cette étude a montré que l'augmentation de la vitesse angulaire de la vis n'engendrait pas comme escompté un échauffement superficiel plus important, mais au contraire une légère diminution de la température en surface. Des observations de la microstructure en tomographie synchrotron et MEB avaient ensuite été menées près du fond du taraudage de la pièce industrielle. Ainsi celles-ci ont révélé que la création du taraudage s'accompagne du développement d'un endommagement par cavitation au sein de la zone déformée par le filet de la vis. Cet endommagement conduit à la propagation d'une fissure sur une profondeur d'environ 55 μm . La deuxième partie portait sur la caractérisation du comportement mécanique du matériau. Le module de Young et le coefficient de Poisson du matériau ont tout d'abord été déterminés en s'appuyant sur les résultats d'essais de traction monotones conduits sur des éprouvettes tubulaires lisses, ces dernières ayant été conçues à partir de la pièce industrielle. Le module de Young a donc été évalué à environ 2,55 GPa, soit une valeur proche de celle obtenue par nano-indentation dans la couche de peau de la pièce industrielle. Le coefficient de Poisson a quant à lui été estimé à

0,38. La campagne expérimentale s'est ensuite poursuivie par des essais de traction monotones sur des éprouvettes tubulaires entaillées TE1 et TE0,06. Concernant l'éprouvette TE1, on a constaté l'existence d'un plateau sur lequel la contrainte nette est quasiment constante jusqu'à la rupture de l'éprouvette. Ce plateau reflète ainsi un équilibre entre d'une part l'adoucissement de la contrainte due à l'endommagement et à la réduction de section et d'autre part le rhéodurcissement du matériau qui vient compenser cet adoucissement. Par ailleurs, l'allure des courbes contraintes nette-ouverture d'entaille obtenues sur éprouvettes TE0,06 est différente. En effet, on constate que la compétition évoquée juste avant est clairement perdue par le rhéodurcissement qui ne parvient pas à compenser totalement l'adoucissement de la contrainte due à l'endommagement et à la réduction de section. A noter que du fait d'un taux de triaxialité des contraintes élevé, due au rayon à fond d'entaille très faible de $60\text{ }\mu\text{m}$, on présume que l'endommagement est plus élevé que sur la TE1 d'où un adoucissement plus important de la contrainte. Le comportement mécanique du matériau a ensuite été exploré aux températures 60°C et 85°C . Les résultats ont montré que l'augmentation de la température engendre certes une chute très importante de la contrainte nette mais que celle-ci influence assez peu l'allure des courbes contrainte nette-ouverture d'entaille. Finalement, la viscosité du matériau a été mise en évidence en effectuant sur les éprouvettes TE1 et aux trois températures considérées plusieurs essais à différentes vitesses de sollicitation (2 mm/min , 20 mm/min , 200 mm/min et 500 mm/min). A la température ambiante tout d'abord, on a constaté que l'augmentation de la contrainte nette maximale due à la vitesse, est d'environ 5 MPa entre 2 mm/min et 20 mm/min , tandis qu'elle vaut à peu près 10 MPa entre 2 mm/min et 200 mm/min . Les résultats ont également révélés que l'accroissement de la contrainte nette diminue avec l'élévation de la température, celui-ci étant d'environ 7 MPa à 60°C et quasiment négligeable à 85°C .

Bibliographie

- [Andrews & Piercy, 1986] Andrews, G. & Piercy, A. (1986). *Journal of Materials Science Letters* 5, 969–971.
- [Argon, 1973] Argon, A. S. (1973). *Philosophical Magazine* 28, 839–865.
- [ASTM D638M, 2010] ASTM D638M (2010). *Annual Book of ASTM Standards, Test Method for Tensile Properties of Plastics*[Metric] 08.01.
- [Atkins, 2009] Atkins, T. (2009). *The Science and Engineering of Cutting : The Mechanics and Processes of Separating, Scratching and Puncturing Biomaterials, Metals and Non-metals*.
- [Beremin, 1980] Beremin, F. (1980). *Journal de Mécanique Appliquée* 4, 307–325.
- [Boisot, 2009] Boisot, G. (2009). *Mécanismes et modélisation mécanique de la déformation, de l'endommagement et de la rupture du PolyAmide 11 pur et renforcé choc*. PhD thesis, École Nationale Supérieure des Mines de Paris.

- [Boisot et al., 2011] Boisot, G., Laiarinandrasana, L., Besson, J., Fond, C. & Hochstetter, G. (2011). *International journal of solids and structures* 48, 2642–2654.
- [Bridgman, 1944] Bridgman, P. (1944). *Transactions of the ASM* 32, 553–574.
- [Caubet, 1964] Caubet, J. (1964). *Théorie et pratique industrielle du frottement*.
- [Cayzac et al., 2013] Cayzac, H.-A., Sai, K. & Laiarinandrasana, L. (2013). *International Journal of Plasticity* .
- [Degallaix, 2007] Degallaix, S. (2007). *Traité des matériaux* 2.
- [Desbonnet, 2006] Desbonnet, J. (2006). *Polyacétals : polyoxyméthylènes (POM)*. Number am3384, Editions T.I.
- [François et al., 1993] François, D., Pineau, A. & Zaoui, A. (1993). *Comportement Mécanique des Matériaux*.
- [Gearing & Anand, 2004] Gearing, B. & Anand, L. (2004). *International Journal of Solids and Structures* 41, 827 – 845.
- [Gras, 2008] Gras, R. (2008). *Tribologie : Principes et solutions industrielles*. DUNOD.
- [Hild & Roux, 2008] Hild, F. & Roux, S. (2008). *CORRELI-Q4 : A software for “Finite-element” displacement field measurements by digital image correlation*. LMT Cachan, France.
- [Instron, 2010] Instron (2010). Brochure «Produits pour essais de matériaux(série 5960-Systèmes d’essai bicolonne)». .
- [Kausch, 1976] Kausch, H. (1976). *Kunstst Ger Plast* 66, 538–544.
- [Lafarge, 2004] Lafarge, M. (2004). *Modelisation couplée comportement endommagement et critères de rupture dans le domaine de la transition du pvdf*. PhD thesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [Regrain, 2009] Regrain, C. (2009). *Comportement, endommagement et fissuration par fluage du polyamide 6 étude expérimentale et modelisation*. PhD thesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [Schirrer et al., 1997] Schirrer, R., Lenke, R. & Boudouaz, J. (1997). *Polymer Engineering and Science* 37, 1748–1760.
- [Stachowiak & Batchelor, 1993] Stachowiak, G. W. & Batchelor, A. W. (1993). *Engineering tribology*. Elsevier Amsterdam ; New York.
- [Ticona, 2002] Ticona (2002). Brochure «Designing with Celcon® acetal copolymer». , p19.
- [Ticona, 2006] Ticona (2006). Brochure «Hostaform®Polyoxymethylene Copolymer (POM)». , p22.

Chapitre III

Mécanismes d'endommagement et de rupture

Sommaire

Introduction	78
A Distribution spatiale de la porosité au cours du chargement.	78
A.I Essais de traction interrompus sur éprouvettes TE1 et TE0,06	78
A.II Analyse de la porosité par tomographie synchrotron	82
A.II.1 Caractéristiques géométriques et positions des volumes d'intérêt (VI)	82
A.II.2 Analyse qualitative de la porosité par des observations tomographiques	85
A.III Analyse structurelle de la porosité par MEB	91
A.III.1 Protocole expérimental	93
A.III.2 Résultats	93
A.IV Distribution spatiale du taux de porosité	102
A.IV.1 Technique de mesure du taux de porosité	103
A.IV.2 Distribution radiale du taux de porosité	104
A.IV.3 Distribution axiale du taux de porosité	111
B Mécanismes de rupture sur éprouvette de type «Compact Tension» (CT)	116
B.I Protocole expérimental	116
B.II Localisation de l'amorçage et champ de porosité en fond de fissure	117
Bibliographie	122

Introduction

On présente dans ce chapitre le travail visant à caractériser l'évolution de l'endommagement par cavitation au sein d'un élément de volume appartenant au milieu poreux du matériau en fonction de la pression hydrostatique. Plusieurs auteurs tels que Sternstein [Sternstein & Myers, 1973] & Moonan [Moonan & Tschoegl, 1985] ont en effet montré que les polymères étaient particulièrement sensibles à cette pression. Par ailleurs Boisot [Boisot et al., 2011] montre clairement à travers une étude portant sur l'endommagement du Polyamide 11 que la croissance de la porosité est directement liée au taux de triaxialité des contraintes. Ainsi pour réaliser cette caractérisation, une analyse quantitative de l'évolution temporelle de la distribution spatiale de l'endommagement au sein des éprouvettes de traction tubulaires entaillées TE1 et TE0,06 est menée. Cette analyse s'appuie sur des observations tomographiques par rayonnement synchrotron que l'on effectue sur des échantillons prélevés dans des éprouvettes entaillées interrompues à différents niveaux de déformation. Par ailleurs, des observations MEB de surfaces rectifiées par ultra-cryo-microtomie dans la direction longitudinale des mêmes échantillons sont réalisées en parallèle afin de valider l'interprétation des observations tomographiques et de façon à pouvoir analyser plus finement les mécanismes d'endommagement du matériau. Dans un deuxième temps, les mécanismes de rupture du matériau sont analysés en réalisant un essai in-situ en laminographie synchrotron sur une éprouvette de type CT «Compact Tension» de 1 mm d'épaisseur.

A Distribution spatiale de la porosité au cours du chargement

A.I Essais de traction interrompus sur éprouvettes TE1 et TE0,06

Plusieurs essais de traction interrompus sont tout d'abord réalisés sur les éprouvettes TE1 et TE0,06 en vue d'observer, puis de quantifier, l'évolution de l'endommagement du matériau au cours du chargement. Notons que cette démarche de caractérisation de l'endommagement, consistant à réaliser en amont des essais de traction interrompus, fut celle choisie par plusieurs auteurs du laboratoire et qui est poursuivie dans le cadre de cette étude. On cite ainsi tout d'abord Boisot [Boisot et al., 2011] qui réalise des essais de traction interrompus sur des éprouvettes axisymétriques entaillées en Polyamide 11 de quatre rayons d'entaille différents (AE0,8; AE1,2; AE1,6; AE4) en vue de mesurer la distribution radiale du taux de porosité dans la section minimale des éprouvettes à partir d'observations MEB de surfaces de coupe lon-

gitudinales. Laiarinandrasana et al. [Laiarinandrasana et al., 2010] ont effectué dans le cadre d'une étude portant sur l'endommagement du PA6 des observations tomographiques synchrotron (rayonnement synchrotron de l'E.S.R.F (European Synchrotron Radiation Facility) de Grenoble (ligne de lumière ID19)) sur des éprouvettes axisymétriques lisses strictionnées. Afin de prendre connaissance du principe de la tomographie synchrotron et plus généralement de la tomographie à rayons X appliquée à l'analyse des matériaux on propose de se référer à l'annexe C.1. Laiarinandrasana et al. [Laiarinandrasana et al., 2012] poursuivent l'étude sur l'endommagement du PA6 en se basant cette fois-ci sur trois essais de traction sur des éprouvettes AE4 interrompus à trois niveaux de déformation croissants. L'objectif principal de ces travaux est de quantifier l'évolution temporelle de la distribution spatiale de l'endommagement en s'appuyant sur des observations tomographiques synchrotron menées au sein des échantillons interrompus. Citons aussi Devilliers [Devilliers, 2011] qui effectue des essais de fluage et de traction monotone interrompus sur des éprouvettes plates lisses et entaillées en Polyéthylène «neuf» et «vieilli». Le but de cette étude était notamment d'étudier l'influence du mode de chargement et du vieillissement sur la morphologie et la distribution locale des cavités à partir d'observations tomographiques synchrotron menées sur des échantillons prélevés sur les éprouvettes interrompues. On rappelle aussi que Blaise et al. [Blaise et al., 2010] optent également pour cette démarche afin d'investiguer par tomographie la microstructure plus ou moins déformée du Polyéthylène haute densité. Notons qu'à partir de ces observations tomographiques les auteurs analysent à différents niveaux de déformation les distributions des niveaux de gris. Ils montrent ainsi grâce à ces travaux que l'évolution de la cavitation du PEHD suit la même tendance que l'évolution du niveau de blanchiment des éprouvettes caractérisée par IPSLT (Incoherent Polarized Steady-Light Transport), technique dont le principe repose sur l'analyse de l'image d'intensité rétrodiffusée par un échantillon lorsqu'il est illuminé par un fin pinceau laser polarisé. Finalement, Brusselle-Dupend, Rosenberg et Adrien [Brusselle-Dupend et al., 2011] ont réalisé des essais de traction in-situ en tomographie synchrotron sur des éprouvettes AE2 et AE0,5 afin d'étudier le développement spatio-temporel de la cavitation sur un grade de PVF2. Précisons que la vitesse de déplacement traversée imposée est de $0,4 \mu\text{m/s}$ et que le temps d'acquisition entre chaque observation tomographique est de 50 s. L'auteur parvient ainsi grâce à ces paramètres à se placer dans le cas d'un chargement quasi-statique ce qui permet de reconstruire in-fine une carte 3D de la porosité en fonction de l'instant du chargement. A noter que la résolution choisie correspond à une taille de voxel («volumetric element» ou pixel en 3D) de $15 \mu\text{m}^3$ et que le déplacement imposé entre chaque observation est de $20 \mu\text{m}$. Ainsi l'auteur entreprend de mesurer dans chaque voxel le niveau moyen de gris (M.G.L : «Mean Grey Level»). Connaissant la densité du matériau non-endommagé ainsi que celle de l'air, il en déduit ensuite la densité locale du matériau ce qui lui permet de tracer les évolutions dans le temps des distributions spatiales de la densité locale selon les directions axiales et radiales des

éprouvettes.

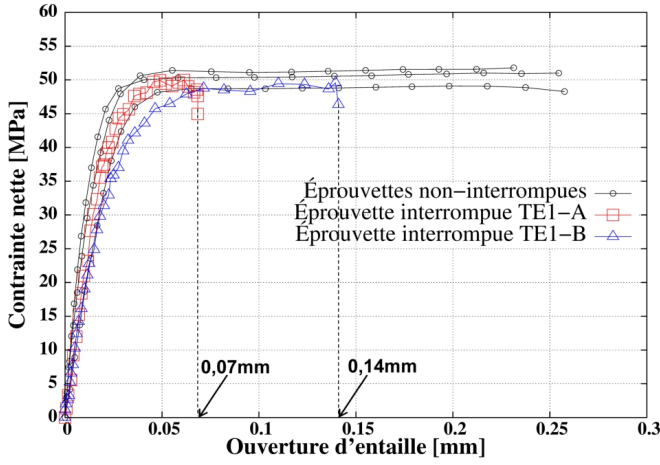
Comme déjà mentionné au paragraphe B.I, l'intérêt principal de recourir à des essais de traction interrompus sur des éprouvettes axisymétriques entaillées est de pouvoir caractériser l'évolution de l'endommagement du matériau lorsque celui-ci est soumis à des taux de triaxialité des contraintes variables mais contrôlés. En effet, la mécanique des éprouvettes entaillées de Bridgman (cf. paragraphe B.III.1) montre que l'entaille implantée sur une éprouvette cylindrique génère au sein de celle-ci un champ de contrainte triaxial qui engendre, notamment radialement, une certaine distribution du taux de triaxialité des contraintes sur la section minimale de l'éprouvette. Ainsi, les équations montrent que le taux de triaxialité des contraintes est minimum en $z=0$ et sur la surface extérieure de l'éprouvette entaillée ($T=0,33$ équivalent au taux atteint en tous points d'une éprouvette axisymétrique lisse) puis que celui-ci augmente progressivement à mesure que l'on se rapproche du centre de l'échantillon ($r=0, z=0$). Par conséquent sachant que les mécanismes d'endommagement par cavitation sont fortement influencés par le niveau de pression hydrostatique, ceux-ci peuvent être étudiés et différenciés en observant, notamment par tomographie synchrotron, la section minimale de l'éprouvette entaillée à différents endroits. Ainsi des observations menées au centre d'une éprouvette présentant un certain rayon d'entaille, et dont l'essai a été interrompu à un certain niveau de chargement (ou de déformation), révélera le comportement du matériau soumis au taux de triaxialité des contraintes maximum tandis que d'autres observations plus proches du fond d'entaille permettront d'analyser les mécanismes d'endommagement à des taux plus faibles et de pouvoir ainsi les comparer à ceux constatés au centre. Notons que lorsque ces mêmes types observations sont effectuées sur plusieurs éprouvettes de même rayon mais interrompues à différents niveaux de chargement on fait l'hypothèse qu'en un point donné l'évolution des mécanismes d'endommagement dans le temps, c'est-à-dire au cours de la déformation, peut être analysée.

Ainsi on réalise deux essais à 2 mm/min pour chacun des deux rayons d'entaille 1 mm et 0,06 mm dont les instants d'interruption volontaires sont choisis proche de deux événements particuliers sur les courbe de traction contrainte nette-ouverture d'entaille non-interrompues conduits à la même vitesse de déplacement traverse imposée (cf. paragraphe B.III.4). Précisons qu'une fois l'essai interrompu l'éprouvette est déchargée manuellement puis celle-ci est maintenue à charge nulle pendant plusieurs semaines avant la conduite des observations en tomographie synchrotron. Concernant tout d'abord les essais interrompus effectués sur les éprouvettes TE1, on peut voir sur le graphe de la figure III.1(a) que le premier essai est interrompu à environ 0,07 mm d'ouverture d'entaille correspondant au début du plateau de saturation de la contrainte nette. Précisons qu'à cet instant le blanchiment apparaît à l'œil nu dans la zone entaillée de l'éprouvette. Ainsi comme on peut le voir sur la juxtaposition image par image synchronisée par rapport à la courbe contrainte nette-ouverture d'entaille (cf. figure III.2(a)), on constate que le blanchiment commence à apparaître en surface très légèrement à partir de l'image n°2.

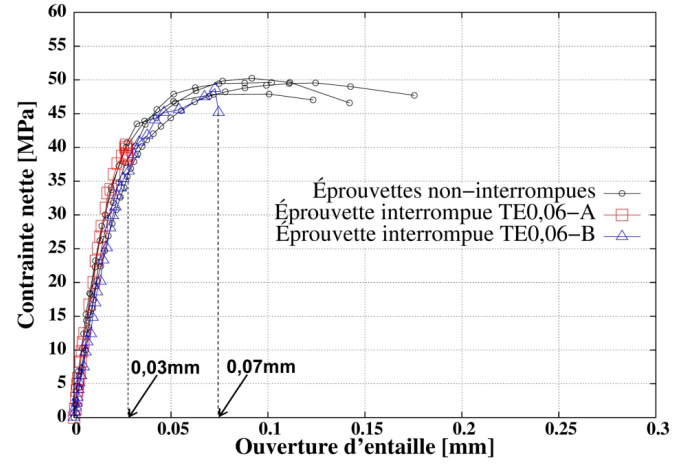
Notons que ce point pourrait à juste titre être considéré comme étant le repère le plus approprié pour l'interruption du premier essai. En effet, on rappelle que par la suite l'objectif est de pouvoir analyser l'évolution des mécanismes d'endommagement au cours du chargement par conséquent l'idéal est bien d'obtenir in fine des images tomographiques du milieu poreux du matériau lorsque celui-ci est peu endommagé afin de pouvoir ensuite les comparer avec des images de ce même milieu lorsque l'endommagement est plus important. D'un point de vue pratique, on verra au cours du paragraphe A.II que cet analyse s'effectue localement à partir d'un petit secteur prélevé sur les éprouvettes provenant des essais interrompus. Ainsi le choix du point de repère doit également tenir compte du fait qu'au cours de l'essai de traction l'éprouvette pourrait ne pas être parfaitement alignée avec la traverse ce qui engendre une légère dissymétrie circonférentielle de l'endommagement. A ce propos, Choi et al. [Choi et al., 2013] ont mené une étude numérique dont l'un des objectifs était de montrer les limitations des essais de fatigue accélérés sur des éprouvettes axisymétriques entaillées à cause justement des phénomènes de désalignement géométrique au cours des essais qui provoquent l'apparition d'une fissure asymétrique ainsi qu'une rupture ductile précoce.

De ce fait, en choisissant le point de l'image n°2 on prend le risque de découper le secteur dans une zone de l'éprouvette où l'endommagement est encore trop faible pour qu'il soit visible sur les observations. Afin de s'affranchir de ces risques tout en restant cohérent vis-à-vis de la stratégie employée, on choisit de prendre comme point de repère celui correspondant à l'image n°4. Finalement, le deuxième essai est interrompu à environ 0,14 mm d'ouverture d'entaille correspondant au point milieu du plateau de saturation. A noter qu'à cet instant du chargement le blanchiment externe des éprouvettes apparaît comme indiqué sur l'image n°8 de la figure III.2(b).

Concernant maintenant les essais interrompus sur les éprouvettes TE0,06, les deux points d'interruption sont situés comme indiqué sur la figure III.1(b). Comme on peut le voir sur les deux juxtapositions image par image des figures III.3(a) et III.3(b) il est ici très difficile, compte tenu du rayon particulièrement faible de l'entaille, de s'appuyer sur le blanchiment apparent de l'éprouvette dans la section minimale afin de déterminer l'instant d'interruption le plus adéquate. On décide finalement de prendre comme repère le début de la non-linéarité des courbes contrainte-ouverture d'entaille en postulant que ce point d'inflexion caractéristique de la courbe correspond à l'instant où l'endommagement commence à véritablement apparaître au sein du matériau. Notons que plus encore que dans le cas des éprouvettes TE1, on souhaite ici interrompre l'essai pour un état peu endommagé afin de pouvoir caractériser un probable effet d'entaille dû à la forte concentration des contraintes induit par la faible cote du rayon. On choisit finalement d'interrompre le deuxième essai un peu plus loin sur la courbe lorsque la contrainte est maximale à environ 0,07mm d'ouverture d'entaille.

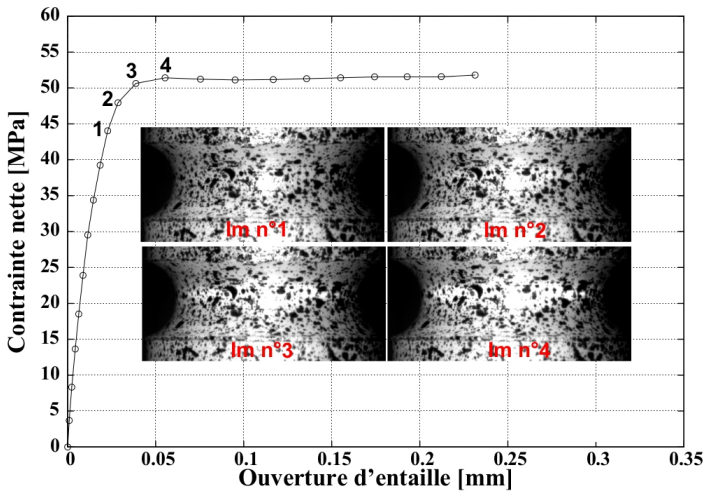


(a)

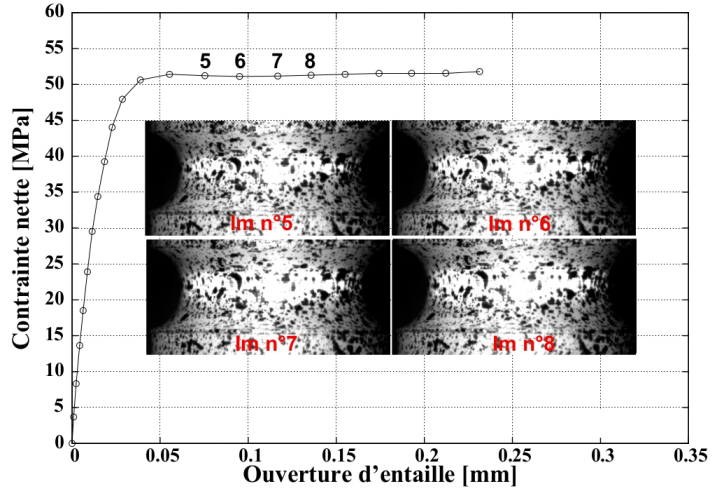


(b)

FIGURE III.1 – (a) : Courbes contraintes nette-ouverture d'entaille correspondant aux essais de traction interrompus sur les éprouvettes TE1; (b) : Courbes contrainte nette-ouverture d'entaille correspondant aux essais de traction interrompus sur les éprouvettes TE0,06.



(a)



(b)

FIGURE III.2 – (a) : Juxtaposition image par image 1/2 synchronisée par rapport à la courbe contrainte nette-ouverture d'entaille de l'un des essais non-interrompus conduit sur les éprouvettes TE1; (b) : Juxtaposition image par image 2/2 synchronisée par rapport à la courbe contrainte nette-ouverture d'entaille de l'un des essais non-interrompus conduit sur les éprouvettes TE1.

A.II Analyse de la porosité par tomographie synchrotron

A.II.1 Caractéristiques géométriques et positions des volumes d'intérêt (VI)

On présente au cours de ce paragraphe les caractéristiques géométriques et les positions des volumes de matière observés. Notons que les observations tomographiques conduites sur

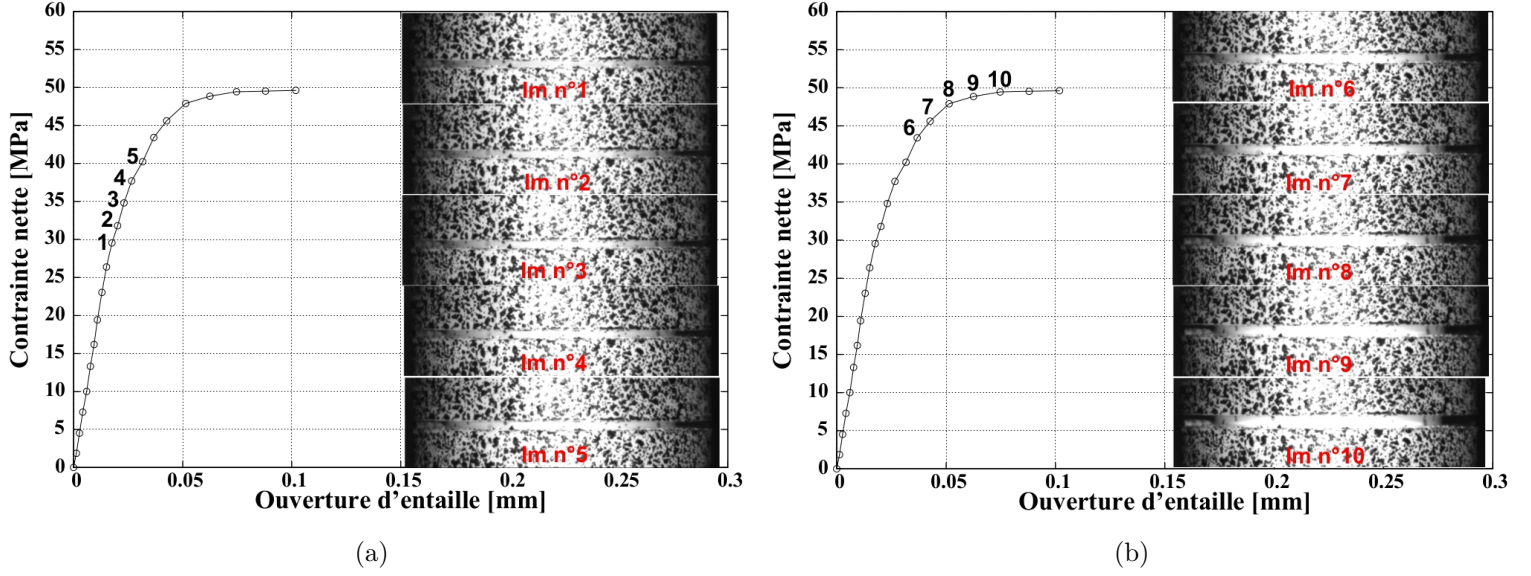


FIGURE III.3 – (a) : Juxtaposition image par image 1/2 synchronisée par rapport à la courbe contrainte nette-ouverture d'entaille de l'un des essais non-interrompus conduit sur les éprouvettes TE0,06; (b) : Juxtaposition image par image 2/2 synchronisée par rapport à la courbe contrainte nette-ouverture d'entaille de l'un des essais non-interrompus conduit sur les éprouvettes TE0,06.

les éprouvettes interrompues ont été réalisées en exploitant le rayonnement synchrotron de l'E.S.R.F (European Synchrotron Radiation Facility) de Grenoble (ligne de lumière ID19). Notons également que l'on utilise au cours de cette campagne les deux modes d'observation en haute et en basse résolution. Ainsi on peut voir sur la figure III.4(a), mettant en évidence la situation géographique des volumes d'intérêt observés au sein des échantillons TE1-A/B, que l'on observe en haute résolution un cylindre de $245 \mu\text{m} \times 245 \mu\text{m}$ (cf. figure III.4(b)) et en basse résolution un cylindre de $1435 \mu\text{m} \times 1435 \mu\text{m}$. Notons par ailleurs qu'en haute résolution un voxel («volumetric element» ou pixel en 3D) est égal à $(0,24 \mu\text{m})^3$ tandis qu'en basse résolution celui-ci est de $(0,7 \mu\text{m})^3$.

Précisons qu'en haute résolution, seuls les échantillons TE1-A et TE1-B, prélevés sur les deux éprouvettes interrompues TE1-A/B (cf. figure III.4(a)) sont observés. On effectue sur chaque échantillon trois observations réparties comme indiqué sur les figures III.4(a) et III.5. Notons que par la suite les volumes d'intérêt haute résolution sont nommés TE1-A/B- α , TE1-A/B- β et TE1-A/B- ω . Les volumes d'intérêt basse résolution se nomment quant à eux TE1-A/B et TE0,06-A/B.

Les deux modes d'observation présentent chacun des avantages et des inconvénients. Celui en haute résolution est certes très intéressant de par la précision plus élevée qu'il offre et qui permet d'obtenir des informations plus fines à propos des mécanismes d'endommagement, cependant la taille relativement faible du volume d'intérêt permet difficilement d'investiguer

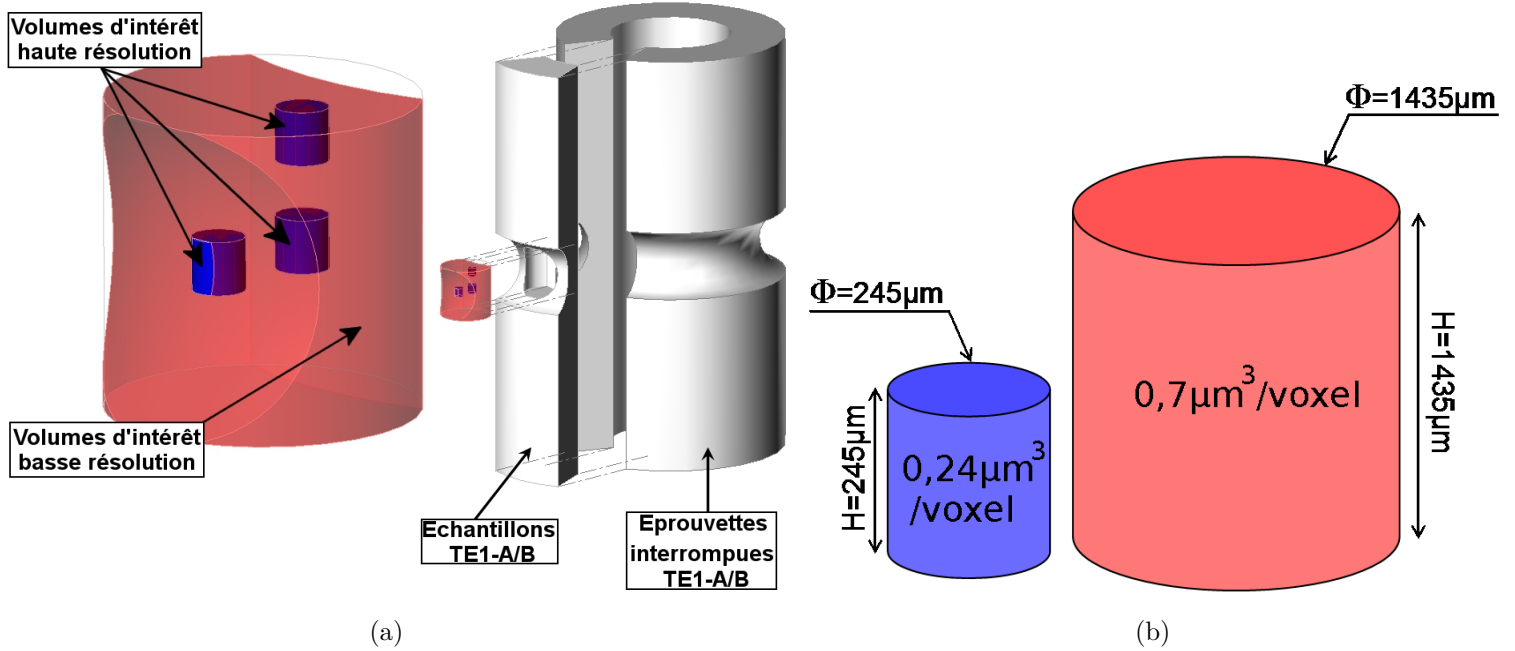


FIGURE III.4 – (a) : Dessin en perspective mettant en évidence le positionnement et l'échelle des volumes observés en haute et en basse résolution au sein de l'éprouvette TE1 ; (b) : Caractéristiques des volumes d'intérêt en haute et en basse résolution.

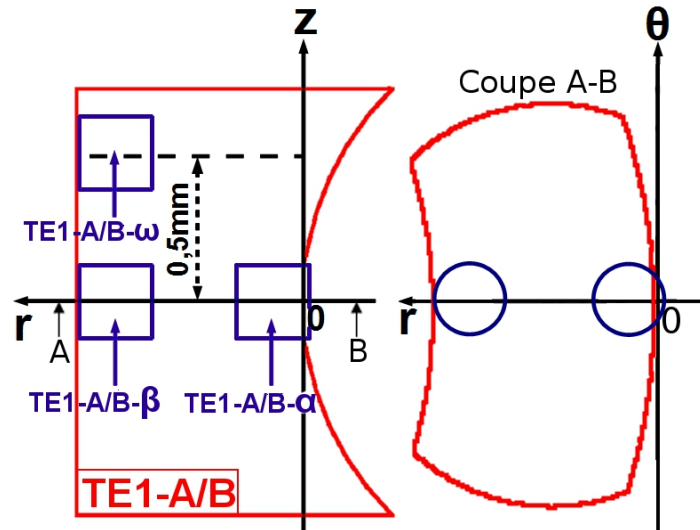


FIGURE III.5 – Paramétrage spatial des volumes d'intérêt en haute et basse résolution.

l'ensemble de la zone endommagée comme c'est le cas en mode basse résolution. En effet, pour y parvenir, il serait nécessaire de cartographier l'ensemble de cette zone sur chaque échantillon ce qui impliquerait de devoir réaliser un grand nombre d'observations. Notons que même si cette démarche procure certainement des résultats beaucoup plus précis qu'en basse résolution elle n'est bien entendu pas envisageable. Afin d'optimiser ce temps, on a donc eu recours au mode d'observation en basse résolution qui certes procure une moins bonne définition de la

microstructure mais permet en outre de balayer l'ensemble de la zone endommagée en une seule observation. On fait donc le choix d'exploiter la complémentarité entre ces deux modes d'observation en vue de recueillir l'ensemble des informations nécessaires pour pouvoir caractériser l'endommagement du matériau. Ainsi concernant les six volumes d'intérêt haute résolution TE1-A/B- α , TE1-A/B- β et TE1-A/B- ω , ceux-ci sont répartis comme indiqué sur la figure III.5 à savoir les deux volumes TE1-A/B- α situés au centre en $z=0$ et tangent à la surface extérieure, les volumes TE1-A/B- β situés en $z=0$ et tangents à la surface intérieure de l'éprouvette tubulaire, et finalement les volumes TE1-A/B- ω tangents à la surface interne et décalés suivant z de 0,5 mm par rapport à l'axe r . A noter que ces volumes sont positionnés de la sorte afin de pouvoir observer plus précisément les zones de transition du matériau sain vers le matériau endommagé dans lesquelles les mécanismes d'endommagement par cavitation peuvent être de ce fait plus facilement analysés.

A.II.2 Analyse qualitative de la porosité par des observations tomographiques

On commence par analyser les observations menées en mode basse résolution sur les échantillons TE1-A/B. On peut tout d'abord voir sur les figures III.6(b) et III.6(c) deux vues en coupe de l'échantillon TE1-A, l'une dans un plan perpendiculaire à l'axe z (voir le repère de la figure III.6(a)) et l'autre dans un plan parallèle à l'axe z . On constate sur ces images la présence de plusieurs populations d'entités distinctes. La première, indiquée par le numéro 1, est constituée de cavités réparties de façon aléatoire dans l'échantillon et dont la taille moyenne est approximativement comprise entre 10 et 30 μm . Il s'agit de défauts de mise en œuvre du matériau, indépendants de ce fait de l'endommagement apparu au cours du chargement. La deuxième population, indiquée par le numéro 2, est composée d'entités sphériques dont la taille moyenne est d'environ 5 μm . De couleur claire, indiquant une densité élevée, ces entités s'apparentent à des inclusions avec parfois décohésion de matière autour de celles-ci, comme on peut le voir indiqué en 3 sur la figure III.6(b). A noter également la présence d'artéfacts expérimentaux, surnommées «rings», qui altèrent la qualité de l'image et qui sont principalement dus à une erreur de centrage de l'axe de rotation lors de la reconstruction du volume. Finalement, on distingue sur les deux figures la présence de la population d'entités n°4, clairement distincte des autres, constituant une sorte de nuage diffus dans l'échantillon. Ce nuage est par ailleurs composé d'une multitude de tâches sombres particulièrement difficile à distinguer sur les images.

Afin d'améliorer la visualisation de ces entités il est nécessaire d'accentuer le contraste. Ainsi on constate sur les figures III.7(a) et III.7(b), correspondant aux deux précédentes images, que le contour approximatif du nuage apparaît beaucoup plus clairement, notamment sur la figure III.7(b) où l'on est en mesure de l'encercler assez aisément par un trait en pointillés rouge. A noter que l'on constate sur cette même figure que la quantité des tâches sombres que

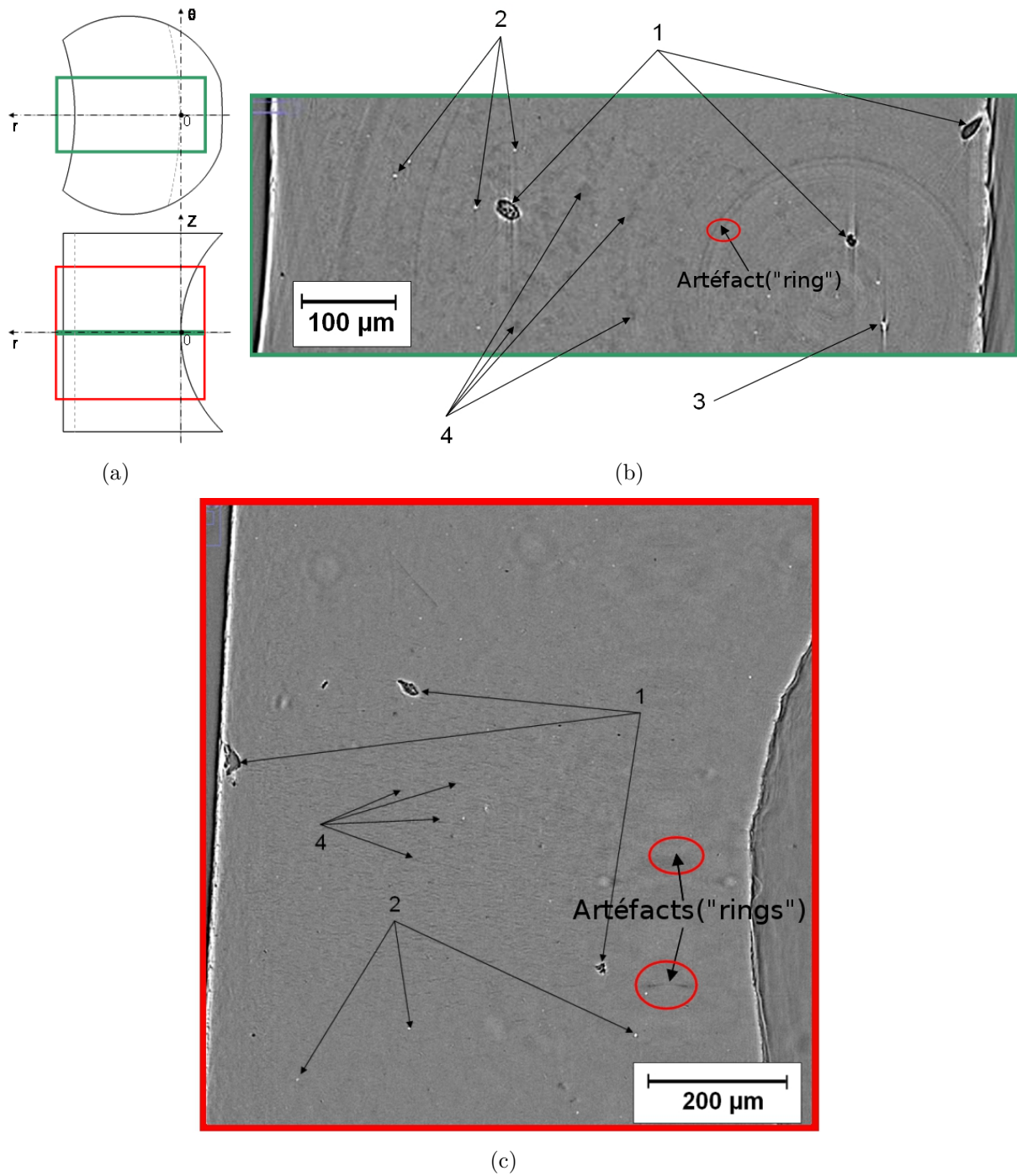
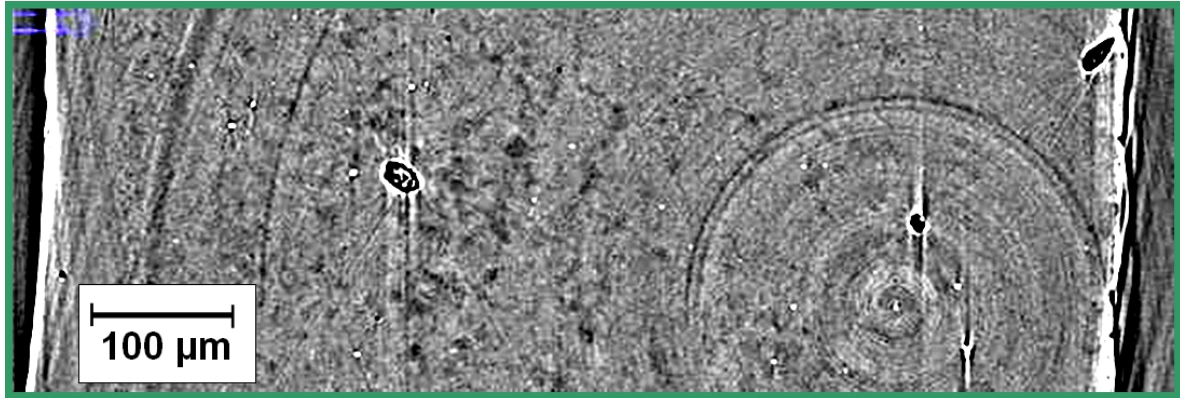


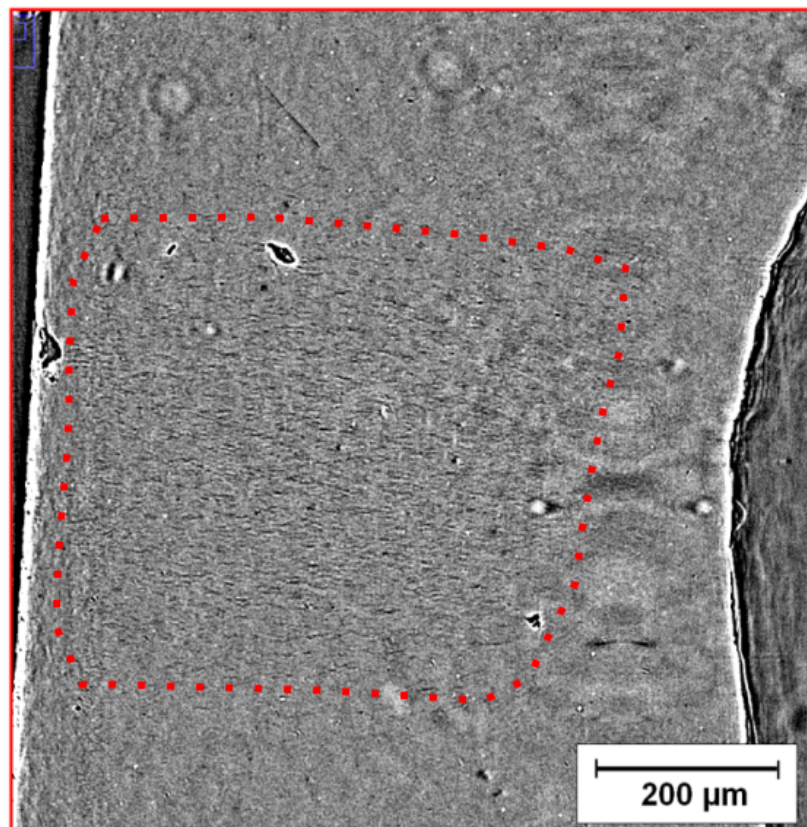
FIGURE III.6 – (a) : Schéma de repérage des plans de coupe dans le volume tomographique basse résolution ; (b) : Observation tomographique basse résolution selon le plan de coupe $(0, r, \theta)$ sur l'échantillon TE1-A ; (c) : Observation tomographique basse résolution selon le plan de coupe $(0, r, Z)$ sur l'échantillon TE1-A.

constituent le nuage évoqué précédemment diminue à mesure que l'on s'éloigne du centre de l'échantillon ($z=0$), en suivant l'axe z , en se rapprochant par conséquent des zones de l'éprouvette moins déformées. On remarque également l'absence caractéristique de ces tâches près des bords

libres interne et externe de l'éprouvette, à savoir là où le taux de triaxialité des contraintes est à priori le plus faible. Ainsi les deux remarques précédentes permettent de conclure que le nuage en question correspond au gradient d'endommagement que l'on souhaite caractériser.



(a)



(b)

FIGURE III.7 – Mise en exergue du contour du gradient d'endommagement sur l'échantillon TE1-A par augmentation du niveau de contraste.

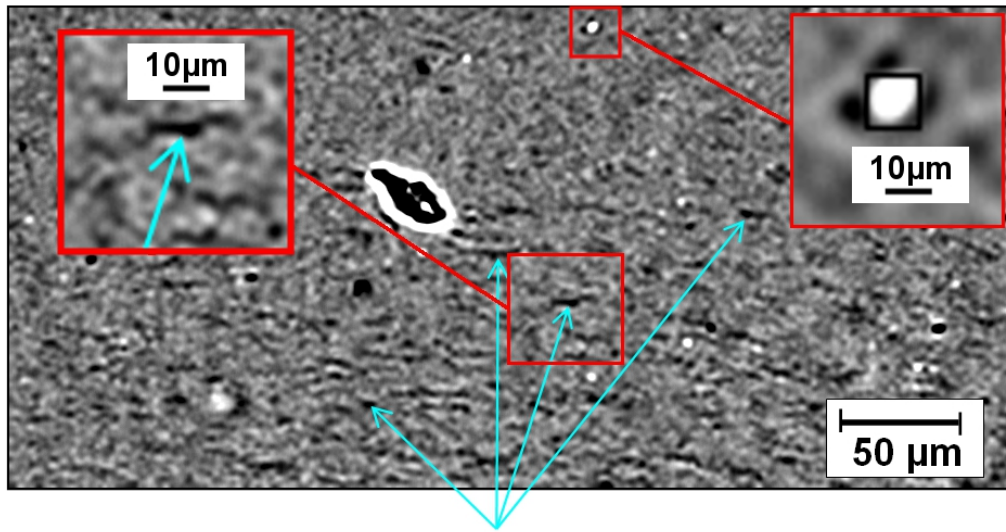
Après avoir mis en exergue le contour du gradient d'endommagement au sein de l'échantillon TE1-A, on souhaite désormais analyser plus précisément la nature des entités qui le composent.

Ainsi lorsque l'on se focalise sur une zone de l'image de la figure III.7(b) comme indiqué sur la figure III.8(a), on constate que celles-ci sont allongées dans la direction perpendiculaire à la direction du chargement. Ainsi de telles entités s'apparentent aux craquelures définies dans la littérature comme étant en effet orientées perpendiculairement au chargement et composées de vacuoles et de fibrilles orientées quant à elles dans la direction du chargement [Kausch, 1987]. Plummer et al. [Plummer et al., 2000] mettent aussi clairement en évidence la morphologie et la composition de ces craquelures en réalisant sur du POM des observations MET et MEB dans la zone blanchie au voisinage de la pointe d'une fissure après propagation à la température de 100°C. On voit ainsi clairement sur les figures III.8(b) et III.8(c) la morphologie et l'orientation privilégiée dans la direction perpendiculaire au chargement ainsi que celle des fibrilles. Finalement, G'Sell, Hiver et Dahoun [G'Sell et al., 2002] ont effectué des observations MEB révélant également l'orientation privilégiée des craquelures sur une surface polie (cf. figure III.9(a)).

Ainsi outre la direction privilégiée des craquelures que l'on peut voir sur l'image de la figure III.8(a) on constate que celles-ci apparaissent sous forme de disques sur l'image de la figure III.7(a) correspondant à une coupe transversale du volume d'intérêt TE1-A. On en déduit donc que leur géométrie dans l'espace correspond à un disque de très faible hauteur ($\approx 2\mu\text{m}$) dont le diamètre moyen vaut approximativement $10\mu\text{m}$ (cf. figure III.8(a)). A ce propos, les observations tomographiques synchrotron réalisées également à l'ESRF de Grenoble en mode basse résolution par Laiarinandrasana et al. [Laiarinandrasana et al., 2012], sur une éprouvette entaillée AE4 en PA6 interrompue à la contrainte nette maximale, révèlent un gradient d'endommagement comparable à savoir composé de craquelures de géométrie similaire. A noter que ce type de craquelure est par ailleurs baptisé «penny shaped craze» en raison de leur forme caractéristique. A noter que par la suite celles-ci seront désignées par le terme de «disque de craquelure». On peut ainsi voir sur la figure III.9(b) une reconstruction 3D cubique dans la zone centrale de l'éprouvette interrompue qui met clairement en évidence les disques de craquelure observés par l'auteur. Les craquelures sont également bien visibles sur une autre reconstruction 3D parallélépipédique prélevée près du fond d'entaille de l'éprouvette (cf. figure III.9(c)) sachant que ce volume révèle aussi la diminution du nombre de craquelures à mesure que l'on se rapproche de la surface de l'entaille.

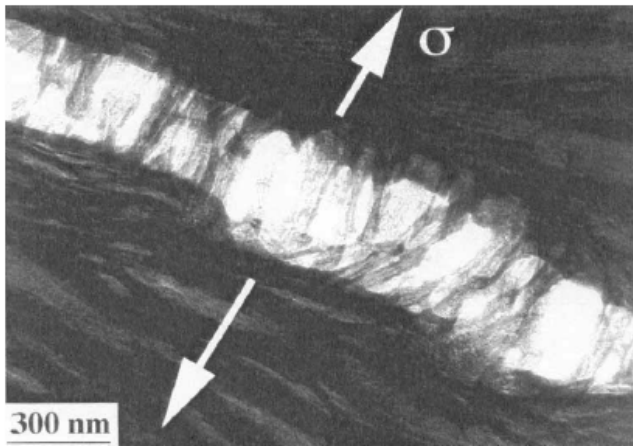
L'examen du gradient d'endommagement se poursuit en analysant les observations obtenues en haute résolution. Les images des figures III.10(a) et III.10(b), prélevées au sein du volume d'intérêt TE1-A- β selon les plans $(r,0,\theta)$ et $(r,0,z)$, confirment les interprétations faites en basse résolution du point de vue de la géométrie des craquelures en forme de disque. A noter que l'on aperçoit en haut à droite de l'image de la figure III.10(a) la présence d'une entité faisant partie de la famille n°1, déjà présentée sur les figures III.6(b) et III.6(c) en basse résolution, et qui est à considérer comme un défaut de mise en œuvre.

Finalement, lorsque l'on examine les craquelures dans la même zone mais à plus haut ni-

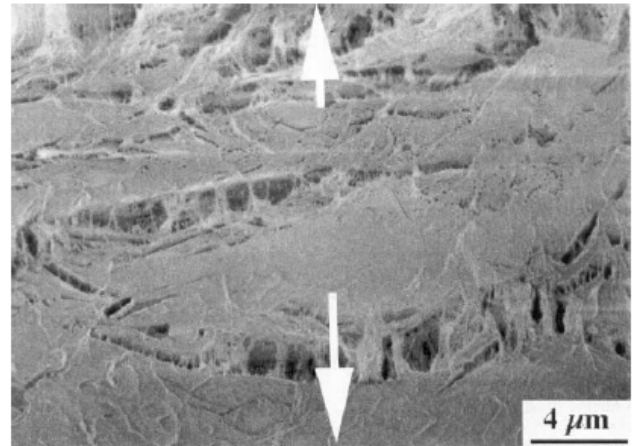


4

(a)



(b)



(c)

FIGURE III.8 – (a) : Mise en évidence des craquelures que composent le gradient d'endommagement à partir des images tomographiques basse résolution sur l'échantillon TE1-A ; (b) : Observation MET dans la zone blanchie au voisinage de la pointe d'une fissure après propagation dans du POM à 100°C (les flèches indiquent le sens de traction) [Plummer et al., 2000] ; (c) : Observation MEB cryo-fractographiée dans la zone blanchie au voisinage de la pointe d'une fissure après propagation dans un POM à 100°C (les flèches indiquent le sens de traction) [Plummer et al., 2000].

veau de déformation sur l'échantillon TE1-B (volume d'intérêt TE1-B- β) on constate que leur morphologie générale n'a pas évolué au cours du chargement («disque de craquelure») (voir l'image encadrée en rouge sur la figure III.11(a)).

Par comparaison avec les travaux menés par Laiarinandrasana et al. [Laiarinandrasana et al., 2012], les auteurs avaient constaté une forte évolution de la morphologie des craquelures avec l'aug-

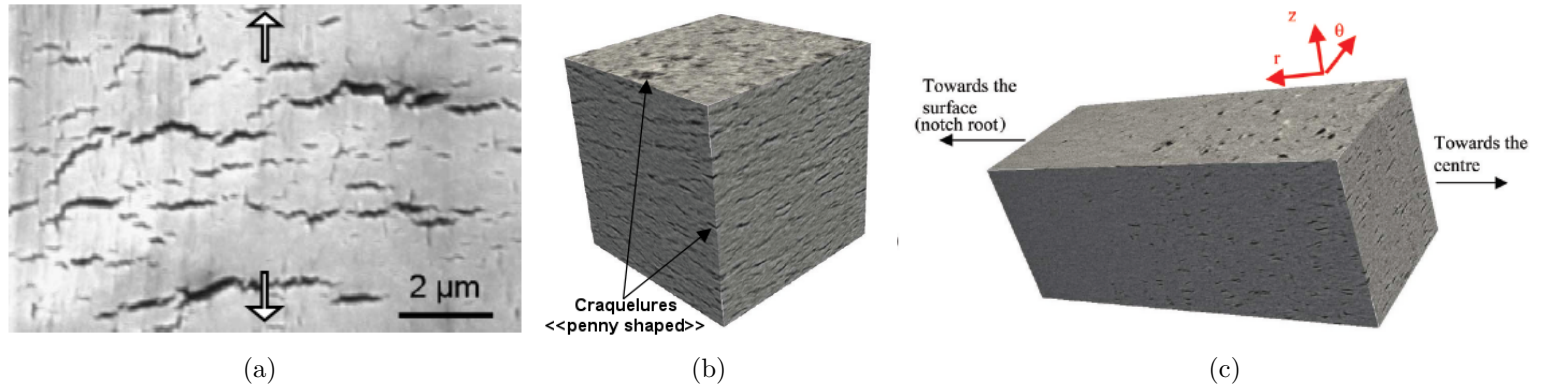


FIGURE III.9 – (a) Observation MEB des craquelures dans la zone centrale d'une éprouvette lisse de PET strictionnée ayant subi une déformation axiale vraie d'environ $\epsilon_v = 0,5$ (surface de coupe parallèle à la direction longitudinale préparée par abrasion au papier de verre puis polie à la pâte diamantée; les flèches indiquent le sens de traction) [G'Sell et al., 2002]; (b) : Reconstruction 3D obtenue par tomographie synchrotron basse résolution d'un cube de matière de $140\mu\text{m}$ de côté prélevé dans la zone centrale d'une éprouvette entaillée(AE4) en PA6 interrompue à la contrainte nette maximale [Laiarinandrasana et al., 2012]; (c) : Reconstruction 3D obtenue par tomographie synchrotron basse résolution d'un parallélépipède de matière($350\mu\text{m} \times 140\mu\text{m} \times 140\mu\text{m}$) prélevé près du fond d'entaille d'une éprouvette entaillée(AE4) en PA6 interrompue à la contrainte nette maximale [Laiarinandrasana et al., 2012].

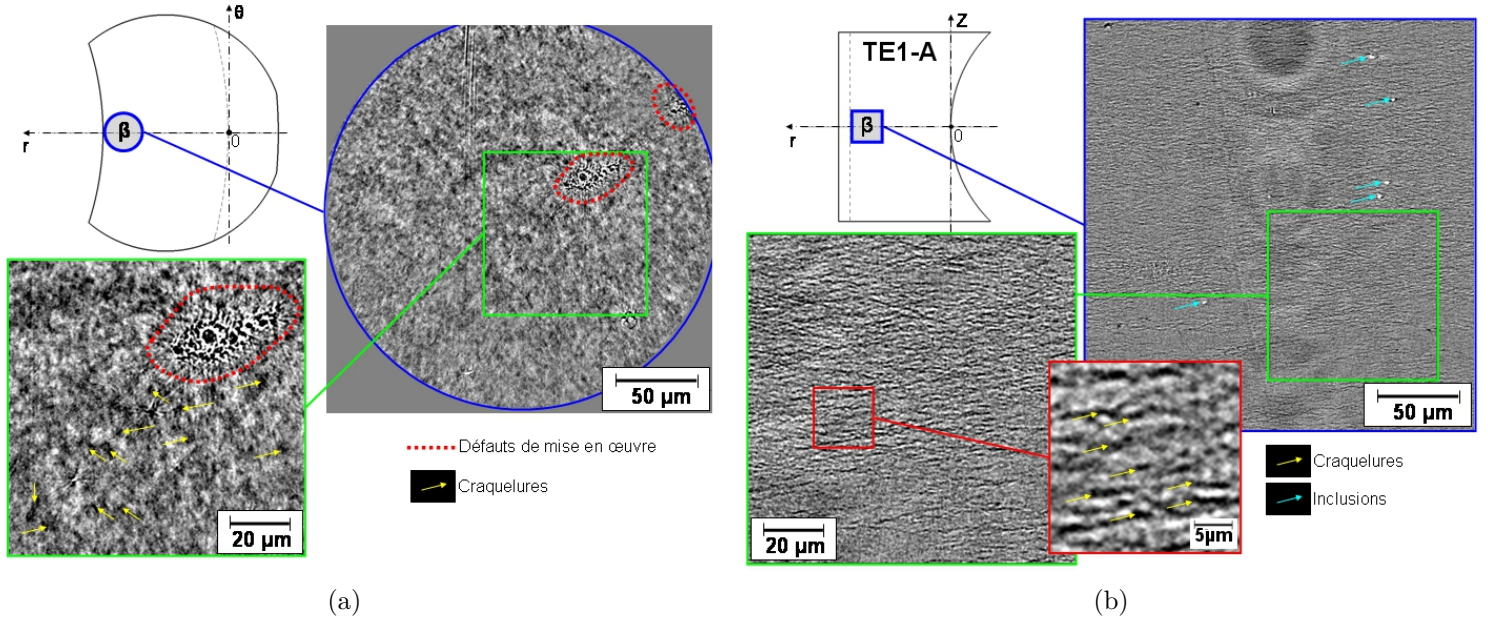


FIGURE III.10 – (a) : Examen des craquelures que composent le gradient d'endommagement à partir du volume d'intérêt haute résolution TE1-A- β coupé dans la direction perpendiculaire au chargement; (b) : Examen des craquelures que composent le gradient d'endommagement à partir du volume d'intérêt haute résolution TE1-A- β coupé dans la direction parallèle au chargement.

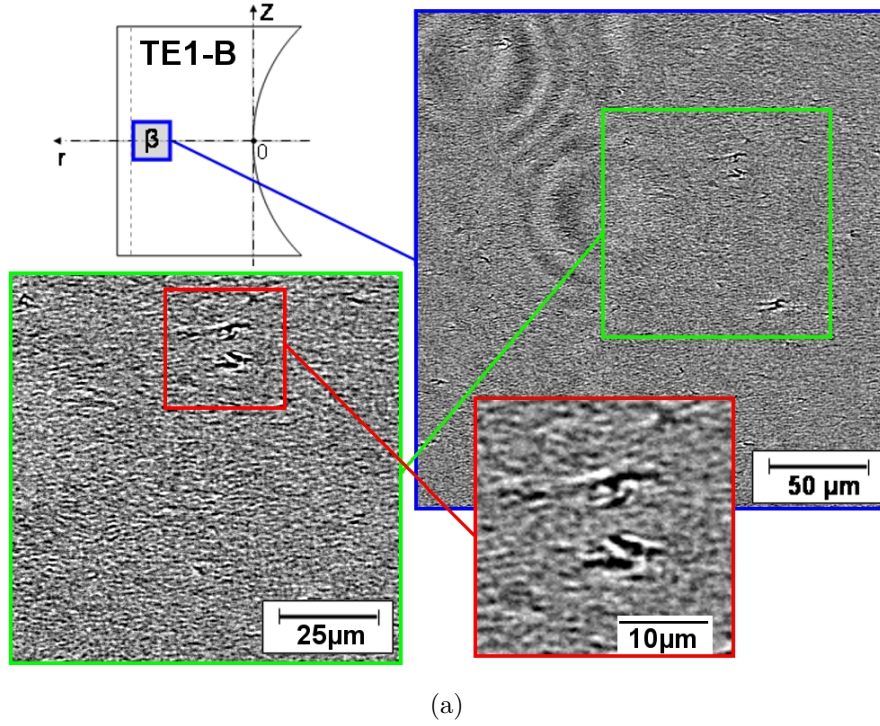


FIGURE III.11 – Examen des craquelures que composent le gradient d’endommagement à partir du volume d’intérêt haute résolution TE1-B- β coupé dans la direction parallèle au chargement.

mentation du niveaux de déformation. On peut en effet voir sur la figure III.12 que la hauteur des disques de craquelure augmente fortement au cours du chargement avant que celles-ci ne finissent par coalescer pour donner lieu à la rupture finale de l’éprouvette. Notons que l’on constate généralement cette évolution de morphologie sur des éprouvettes entaillées à forts rayons d’entaille induisant de ce fait un domaine de taux de triaxialité des contraintes relativement étroit. Ainsi sur les éprouvettes TE1 étudiées dans cette thèse la morphologie des craquelures évolue peu probablement à cause d’une triaxialité plus importante qui notamment tend à « fragiliser » le comportement du matériau.

Concluons d’ores-et-déjà à ce stade de l’analyse en soulignant le fait que les images obtenues par tomographie synchrotron permettent de révéler les contours du gradient d’endommagement ainsi que la géométrie et la distribution des craquelures qui le composent. Il s’agit désormais de compléter ces résultats par des observations MEB conduites dans la zone endommagée de façon à récolter des informations plus précises quant à la nature des craquelures mises en évidence par tomographie.

A.III Analyse structurale de la porosité par MEB

L’investigation des échantillons interrompus se poursuit en réalisant des observations MEB de surfaces obtenues grâce à la technique d’ultra-cryo-microtomie. Précisons que le choix de

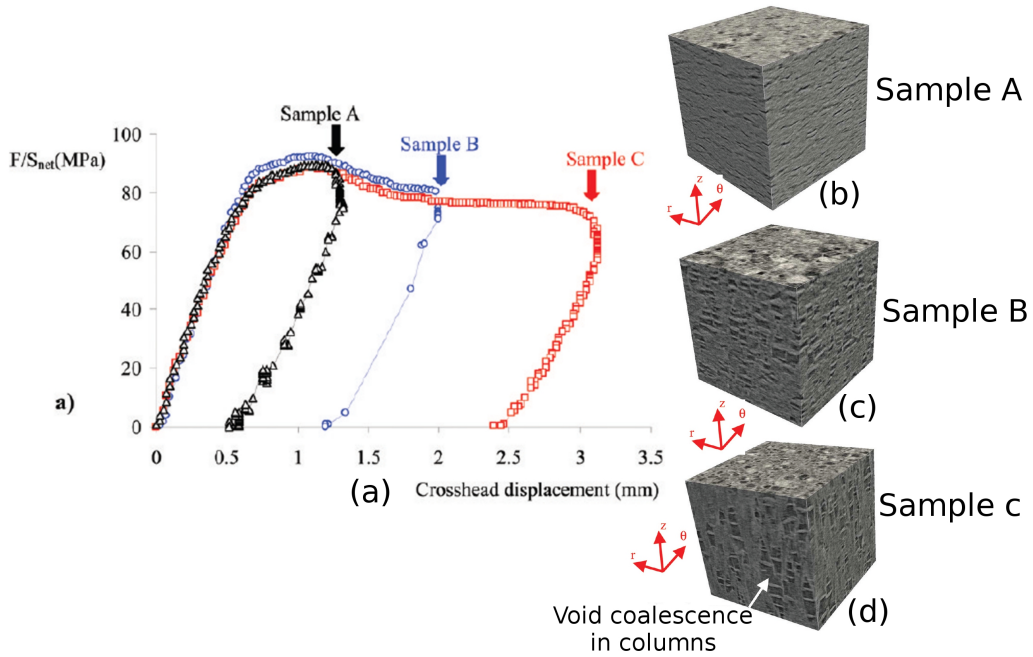


FIGURE III.12 – (a) : Courbes contrainte nette-déplacement traverse imposé correspondant aux essais de traction interrompus réalisés sur des éprouvettes entaillées AE4 en PA6 [Laiarinandrasana et al., 2012]; (b) : Reconstruction 3D obtenue par tomographie synchrotron basse résolution d'un cube de matière de $140\ \mu\text{m}$ de côté prélevé dans la zone centrale d'une éprouvette entaillée AE4 en PA6 interrompue à la contrainte nette maximale [Laiarinandrasana et al., 2012]; (c) : Reconstruction 3D obtenue par tomographie synchrotron basse résolution d'un cube de matière de $140\ \mu\text{m}$ de côté prélevé dans la zone centrale d'une éprouvette entaillée AE4 en PA6 interrompue juste après la contrainte d'adoucissement [Laiarinandrasana et al., 2012]; (d) : Reconstruction 3D obtenue par tomographie synchrotron basse résolution d'un cube de matière de $140\ \mu\text{m}$ de côté prélevé dans la zone centrale d'une éprouvette entaillée AE4 en PA6 interrompue avant la rupture finale [Laiarinandrasana et al., 2012].

cette technique de préparation de surface repose sur le degré élevé de précision que l'on vise. En effet, rappelons que l'objectif est d'obtenir des informations complémentaires quant à la composition des disques de craquelure mises en évidence sur les observations tomographiques. Ainsi premièrement, la technique doit être choisie de telle sorte que le risques de remplissage ou «beurrage» des espaces contenant du vide lors de la préparation soit le plus faible possible. Vis-à-vis de cette première condition, on opte pour une technique à froid à base d'azote liquide, de façon à durcir le plus possible le matériau avant la coupe microtome. La deuxième condition est d'obtenir une surface présentant une rugosité la plus faible possible de façon à pouvoir observer la microstructure du matériau à des échelles inférieures au micromètre. Afin de satisfaire cette seconde exigence, on choisit d'effectuer le lissage de la surface à l'aide d'un ultra-microtome, c'est-à-dire disposant d'un couteau en diamant de très haute précision capable d'enlever des couches de matériau d'une épaisseur de $0,15\ \mu\text{m}$. Finalement, notons que la préparation des

surfaces des échantillons ainsi que les observations MEB ont été effectuées au sein du service PMXP (Peinture Matériaux et Procédés) du groupe PSA Peugeot Citroën.

A.III.1 Protocole expérimental

On souhaite effectuer des observations MEB sur des échantillons découpés par ultra-cryomicrotomie sur les éprouvettes interrompues TE1-A/B et TE0,06-A/B ayant déjà été observées en tomographie. Pour ce faire on commence par découper à l'aide d'une mini-scie un secteur d'environ 60° dans chaque éprouvette de façon à pouvoir les bloquer dans un mors et à les positionner favorablement pour la coupe à l'ultra microtome comme indiqué sur la figure III.13(b). Le principe de découpe est illustré sur le schéma de la figure III.13(c). On constate par ailleurs sur la photo de la figure III.13(a) que le liseré de blanchiment au centre des éprouvettes interrompues apparaît clairement à l'œil nu.

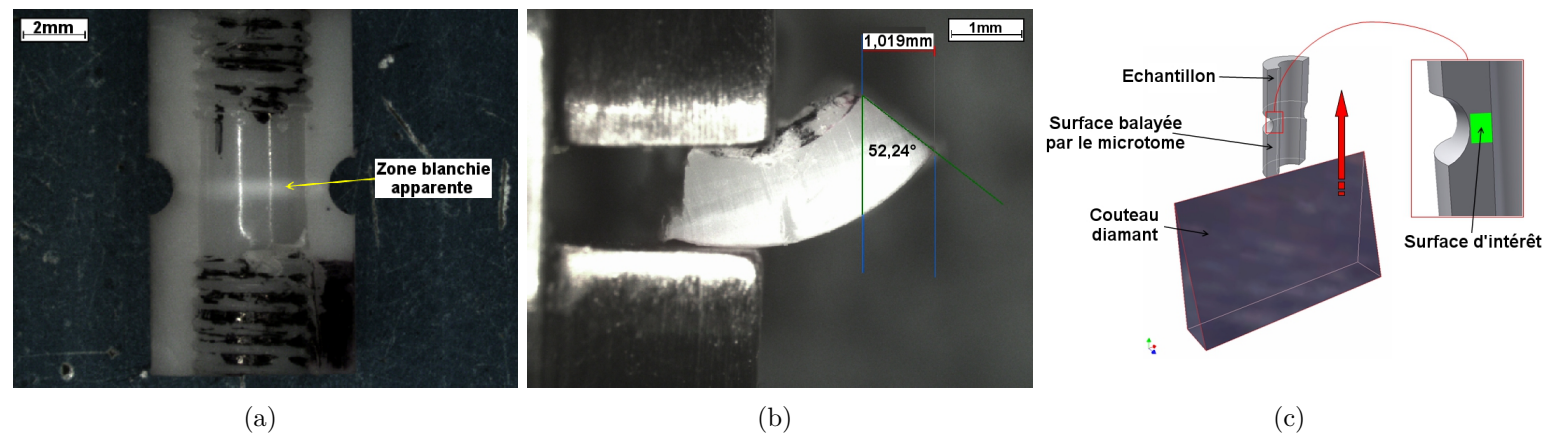


FIGURE III.13 – (a) : Observation à l'œil nu de la zone blanchie au centre de l'éprouvette TE1-B; (b) : Position des échantillons avant découpe à l'ultra-microtome; (c) : Schéma illustrant le principe du «surfaçage microtomique».

La méthodologie d'investigation choisie consiste à cartographier la surface d'intérêt des échantillons à différentes échelles. On peut voir sur l'image MEB de la figure III.14 les axes X et Y indiquant les chemins empruntés par le MEB. La cartographie débute ainsi par une observation près du fond d'entaille puis le MEB balaye l'échantillon en suivant l'axe X et en effectuant des observations à intervalles réguliers jusqu'à la surface intérieure. Le MEB est ensuite repositionné au centre du liseré puis un deuxième balayage est effectué en suivant l'axe Y jusqu'au sortir du liseré.

A.III.2 Résultats

Au cours de ce paragraphe, on se concentre essentiellement sur l'analyse des observations effectuées sur l'échantillon TE1-B qui présente un gradient d'endommagement dont les contours

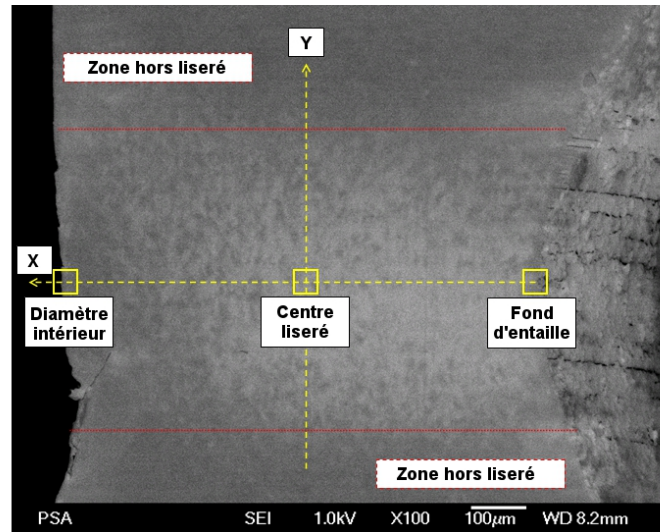


FIGURE III.14 – Mise en évidence des axes X et Y balayés par le MEB sur la surface préparée en ultra-cryo-microtomie sur l'échantillon TE1-B.

sont clairement visibles à faible échelle comme on peut le voir sur l'image MEB de la figure III.14. A noter que l'on retrouve la même image MEB sur la figure III.15(a) sur laquelle on s'appuie une nouvelle fois afin d'indiquer la première zone de l'échantillon sur laquelle on se focalise, à savoir celle se situant près du fond de l'entaille encadrée en rouge. Notons que l'on peut voir sur la figure III.15(b) l'image MEB de cette zone obtenue en mode SEI (Secondary Electron Imaging) à l'échelle x600.

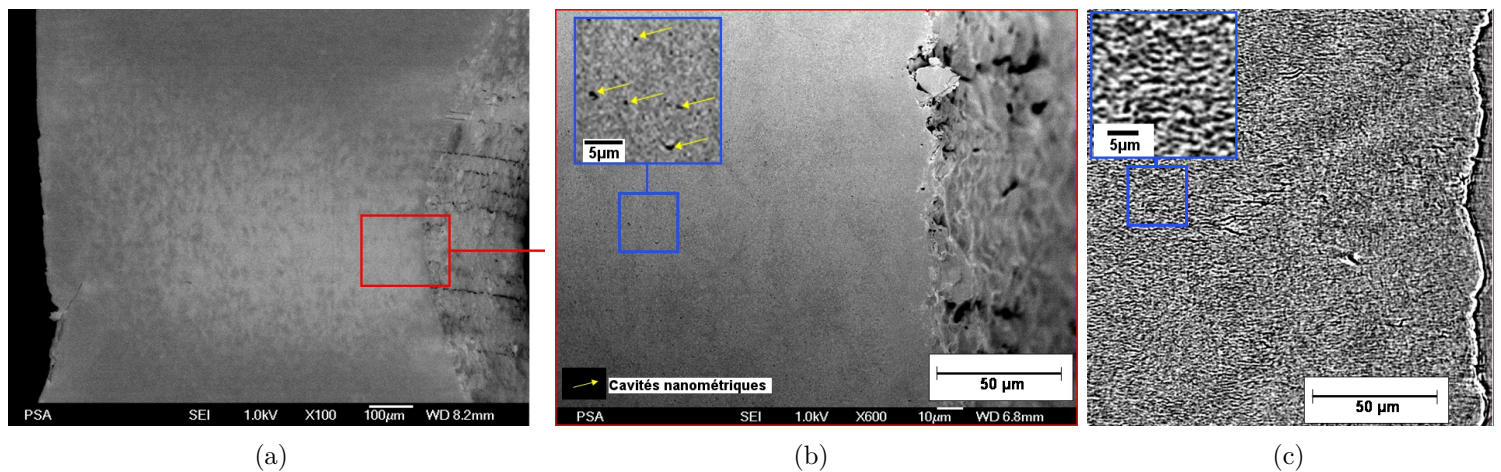


FIGURE III.15 – (a) : Image MEB de la surface préparée en ultra-cryo-microtomie sur l'échantillon TE1-B obtenue en mode SEI à l'échelle x100 ;(b) : Image MEB de la surface préparée en ultra-cryo-microtomie sur l'échantillon TE1-B près du fond d'entaille obtenue en mode SEI à l'échelle x600 ; (c) : Image tomographique haute résolution de l'échantillon TE1-B près du fond d'entaille.

Ainsi on constate tout d'abord que les disques de craquelure, que l'on visualise clairement

sur les images tomographiques, n'apparaissent pas sur l'image MEB sous forme de vacuoles. En effet, malgré certes la présence d'une population relativement faible de cavités plutôt sphériques dont la taille moyenne est de l'ordre de 500 nm (cf. figure III.15(b)) la surface telle qu'on la voit laisserait volontiers penser que le matériau n'a subi aucun endommagement important comme c'est pourtant le cas, tant l'absence de craquelures est manifeste. Notons que pour des raisons pratiques la population de cavités mise en évidence sur la figure III.15(b) sera nommée par la suite «cavités nanométriques».

Lorsque l'on compare maintenant cette image MEB avec la figure III.15(c), indiquant une image tomographique haute résolution de la même zone sur le même échantillon (voir le VOI TE1-B- α sur la figure III.5)), on constate que les disques de craquelure dont la taille moyenne est d'environ 3 μm sont beaucoup plus nombreuses. Notons qu'il est par ailleurs assez surprenant que ces craquelures ne soient pas visibles sur l'image MEB car si leur morphologie est bien celle décrite précisément notamment par Kausch [Kausch, 1976] ainsi que G'Sell & Haudin [G'Sell & Haudin, 1994], la grande majorité de vide qui les compose (vacuoles) devrait transparaître. D'autre part les craquelures sur les images tomographiques brutes (non-accentuées en contraste) sont teintées d'un gris foncé induisant une densité très faible ce qui suppose que celles-ci soient effectivement composées en grande partie de vide moyennant la matière fibrillaire pontant les craquelures entre les vacuoles.

Bien entendu, l'hypothèse selon laquelle la surface d'intérêt aurait été «beurrée» au cours des différents passages du couteau, entraînant ainsi le remplissage partiel des cavités, est plausible. Néanmoins, un élément remet en cause cette hypothèse. En effet, on peut voir sur la figure III.16(a) l'unique image prise en mode LEI (Lower Electron Imaging) sur la surface de l'échantillon TE1-A près du fond d'entaille à l'échelle x500. Précisons que ce détecteur d'électrons secondaires inférieurs procurent des images de moins bonne définition que le détecteur SEI mais permet de révéler la topologie de la surface. Ainsi, on constate sur cette image que la rugosité atteinte en surface, grâce à la précision du couteau en diamant, est si faible qu'il est possible de distinguer assez clairement la microstructure sphérolitique du POM. On peut par ailleurs voir sur la figure que le contour de l'un des sphérolites est également visible rendant ainsi possible l'estimation de sa taille ($\approx 40 \mu\text{m}$). Ainsi on pense que ce constat est de nature à remettre en cause l'hypothèse avancée étant donné qu'un «beurrage» de la surface aurait vraisemblablement effacé cette microstructure sphérolitique apparente. Les différentes coupes étant d'autre part réalisées à -55°C , soit à une température très proche de celle de transition vitreuse (-60°C), on pense que la surface n'a pas été «beurrée» au cours des différents passages du couteau.

Par ailleurs, notons que l'on fait sur cette échantillon TE1-A le même constat que précédemment sur le TE1-B à savoir que l'image MEB en mode SEI de la figure III.16(b) ne révèle également pas les craquelures que l'on distingue pourtant clairement sur l'image tomographique

haute résolution de la figure III.16(c) correspondant à la même zone du même échantillon (voir le VOI TE1-A- α sur la figure III.5).

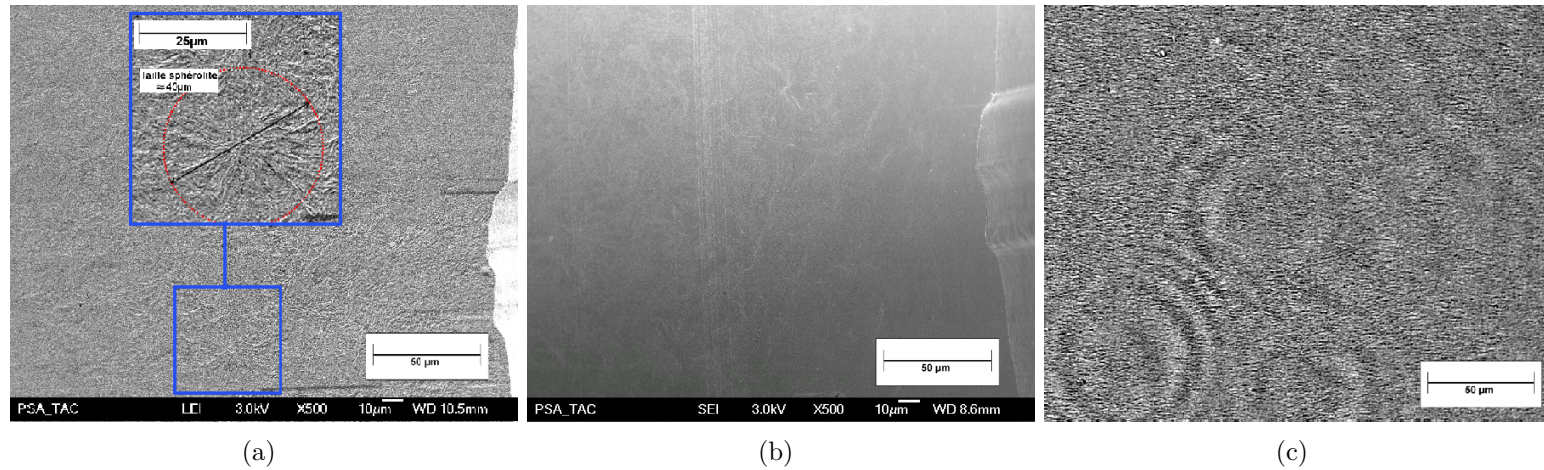


FIGURE III.16 – (a) : Image MEB de la surface préparée en ultra-cryo-microtomie sur l'échantillon TE1-A obtenue en mode LEI à l'échelle x500 ;(b) : Image MEB de la surface préparée en ultra-cryo-microtomie sur l'échantillon TE1-A près du fond d'entaille obtenue en mode SEI à l'échelle x500 ; (c) : Image tomographique haute résolution de l'échantillon TE1-A près du fond d'entaille.

Poursuivons l'analyse des observations MEB obtenues sur l'échantillon TE1-B. Afin d'en savoir davantage sur l'origine des cavités nanométriques pointées précédemment sur l'image MEB de la figure III.15(b), on choisit d'effectuer dans un premier temps la comparaison entre deux observations obtenues à la même échelle, l'une réalisée au centre de l'échantillon, et l'autre effectuée en dehors de la zone blanchie où les dommages sont très faibles.

Ainsi comme attendu, on distingue sur la figure III.17(a) la population de cavités nanométriques au cœur de la zone endommagée tandis que sur la figure III.17(b) on constate que ces cavités n'apparaissent plus en dehors du liseré. Celles-ci se sont donc bien développées au cours du chargement et non lors de la mise en œuvre du matériau. Notons d'autre part que l'on ne constate pas d'évolution notable des cavités nanométriques, en termes de taille et de nombre, entre l'image de la figure III.15(b) près du fond d'entaille et celle de la figure III.17(a) au centre de l'échantillon. On rappelle à ce propos que les images tomographiques, notamment en mode basse résolution (cf. figure III.7(b)), montrent que la cavitation est clairement plus importante au centre de l'échantillon.

On choisit de poursuivre la diminution de l'échelle sur l'échantillon TE1-B. Ainsi comme précédemment, on constate tout d'abord sur les images des figures III.18(a), III.18(b) et III.18(c) réalisées à l'échelle x2000 que les cavités nanométriques n'apparaissent quasiment pas dans la zone hors liseré tandis que dans les zones centrale et avant du liseré celles-ci sont clairement visibles. On remarque par ailleurs que les cavités sont plus nombreuses et de taille légèrement plus élevée dans la zone avant du liseré, c'est-à-dire près du fond d'entaille. Par comparaison

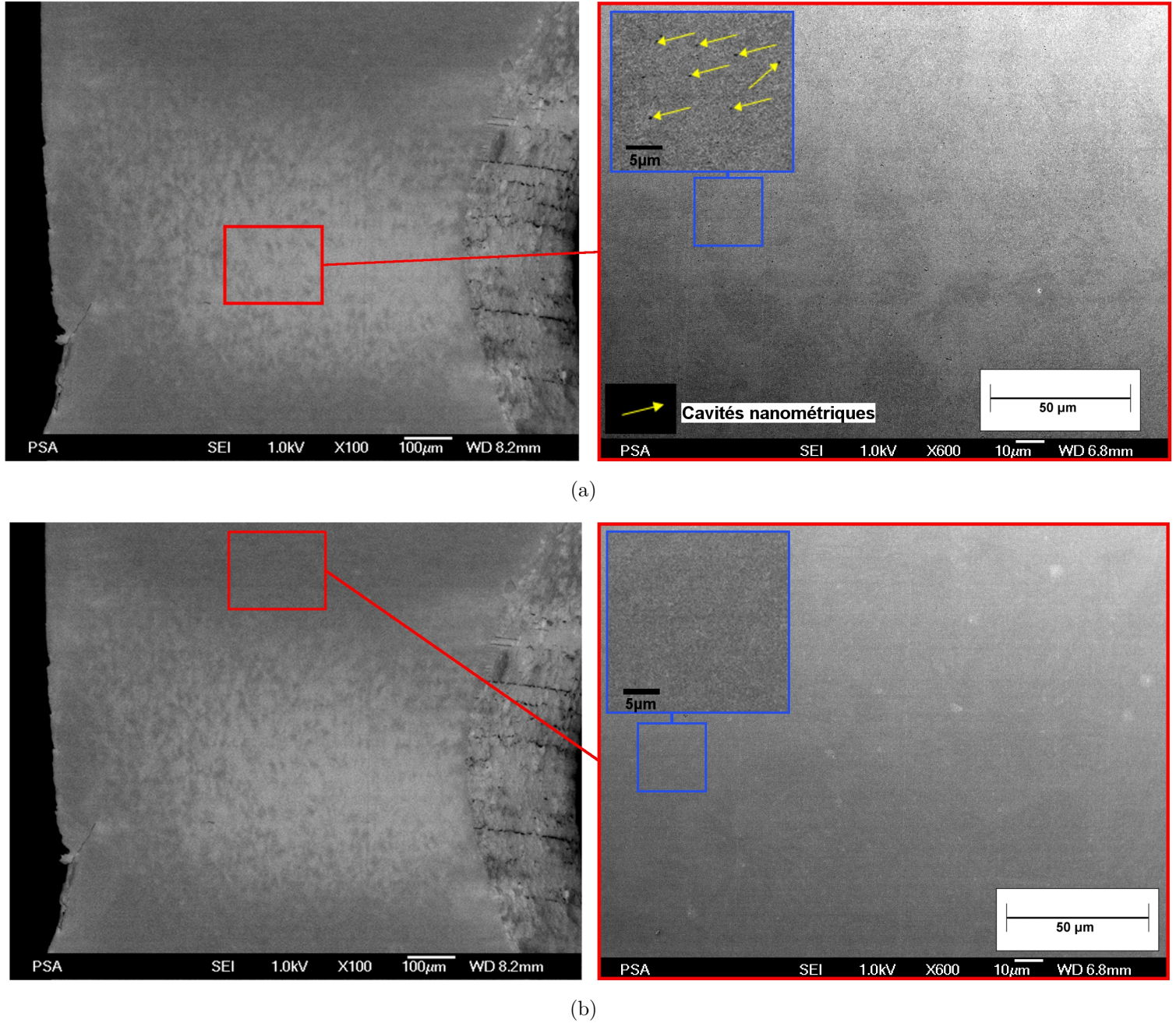


FIGURE III.17 – (a) : Image MEB de la surface préparée en ultra-cryo-microtomie sur l'échantillon TE1-B au cœur de la zone endommagée obtenue en mode SEI à l'échelle x600 ;(b) : Image MEB de la surface préparée en ultra-cryo-microtomie sur l'échantillon TE1-B en dehors de la zone endommagée obtenue en mode SEI à l'échelle x600.

avec les images tomographiques, celles-ci montrent au contraire un endommagement moins important près du fond d'entaille. On remarque par ailleurs que la texture de l'image en arrière plan des cavités nanométriques diffère selon la position au sein de l'échantillon. Ainsi lorsque l'on compare d'un peu plus près les deux images des figures III.18(b) et III.18(c) on s'aperçoit que la densité de zones sombres, n'apparaissant d'ailleurs pas hors du liseré (figure III.18(a)),

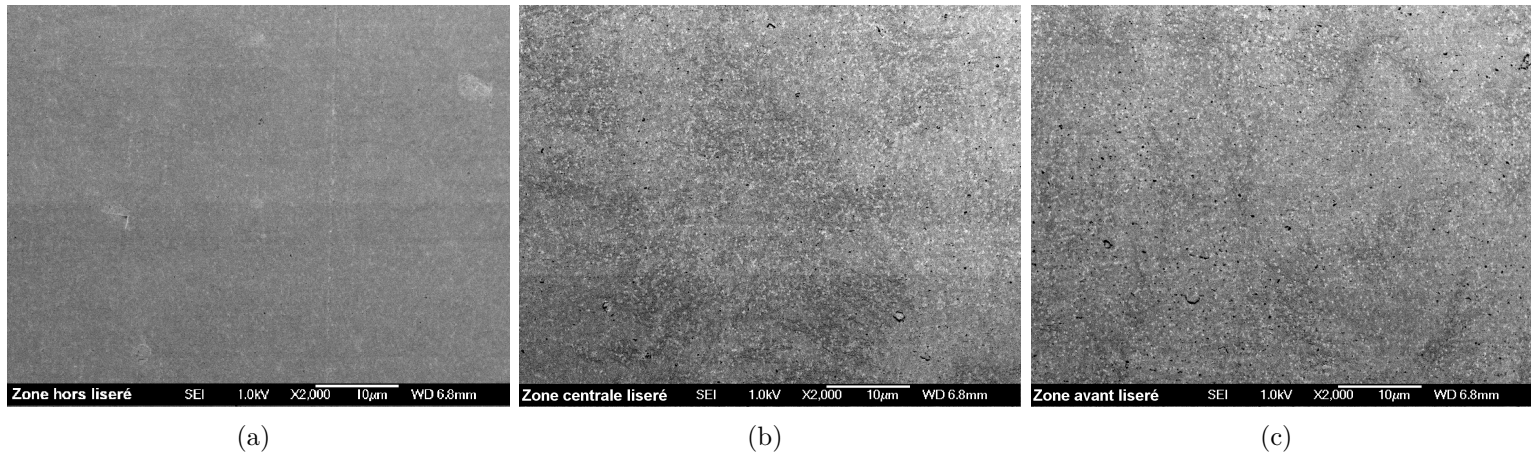


FIGURE III.18 – (a) : Image MEB préparée en ultra-cryo-microtomie sur l'échantillon TE1-B dans la zone hors liseré réalisée à l'échelle x2000 en mode SEI; (b) : Image MEB préparée en ultra-cryo-microtomie sur l'échantillon TE1-B dans la zone centrale du liseré réalisée à l'échelle x2000 en mode SEI; (c) : Image MEB préparée en ultra-cryo-microtomie sur l'échantillon TE1-B dans la zone avant du liseré (près du fond d'entaille) réalisée à l'échelle x2000 en mode SEI.

est plus élevée au centre. Ces zones sombres diffuses et mêlées parmi des zones plus claires deviennent donc les nouvelles zones d'intérêt de cette analyse. Afin de mettre en exergue ces zones sombres on choisit de superposer aux trois images précédentes leur binarisation toutes trois effectuées avec un niveau de seuillage identique.

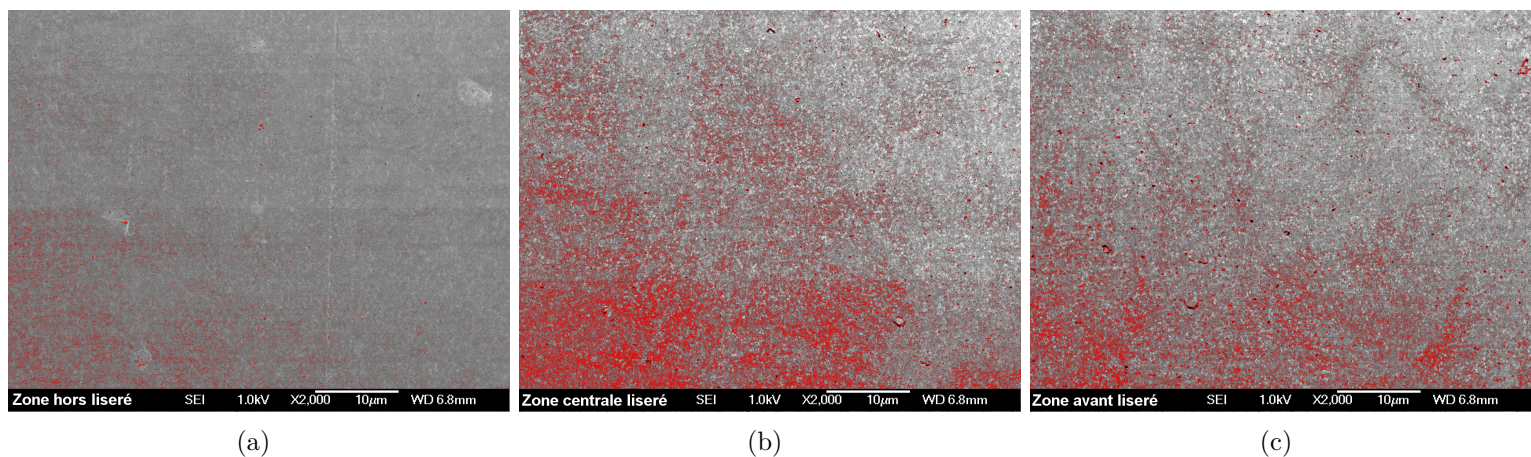


FIGURE III.19 – (a) : Image MEB préparée en ultra-cryo-microtomie sur l'échantillon TE1-B dans la zone hors liseré réalisée à l'échelle x2000 en mode SEI (superposition de l'image binarisée avec un niveau de seuillage de 10-100); (b) : Image MEB préparée en ultra-cryo-microtomie sur l'échantillon TE1-B dans la zone centrale du liseré réalisée à l'échelle x2000 en mode SEI (superposition de l'image binarisée avec un niveau de seuillage de 10-100); (c) : Image MEB préparée en ultra-cryo-microtomie sur l'échantillon TE1-B dans la zone avant du liseré (près du fond d'entaille) réalisée à l'échelle x2000 en mode SEI (superposition de l'image binarisée avec un niveau de seuillage de 10-100).

On constate ainsi sur les images des figures III.19(a), III.19(b) et III.19(c) que l'aire des zones sombres (coloriées en rouge) est d'environ 13% au centre du liseré tandis que celle-ci vaut à peu près 9% près du fond d'entaille. A noter que cette aire n'est que d'environ 2% dans la zone hors liseré.

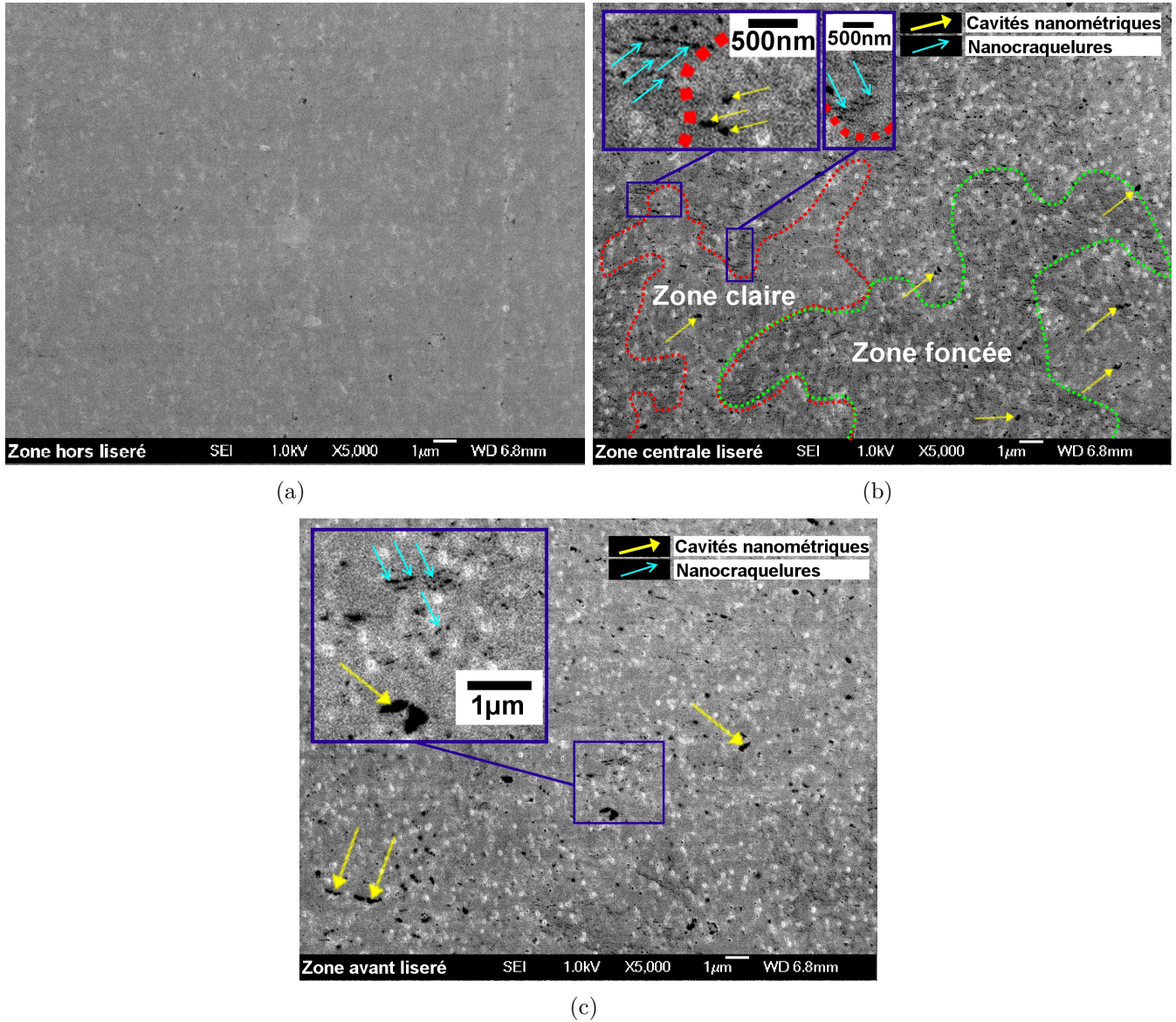


FIGURE III.20 – (a) : Image MEB préparée en ultra-cryo-microtomie sur l'échantillon TE1-B dans la zone hors liseré réalisée à l'échelle x5000 en mode SEI ;(b) : Image MEB préparée en ultra-cryo-microtomie sur l'échantillon TE1-B dans la zone centrale du liseré réalisée à l'échelle x5000 en mode SEI ; (c) : Image MEB préparée en ultra-cryo-microtomie sur l'échantillon TE1-B dans la zone avant du liseré (près du fond d'entaille) réalisée à l'échelle x5000 en mode SEI.

A l'agrandissement x5000, l'analyse se précise puisque l'image au centre du liseré sur la figure III.20(b) révèle la composition des zones sombres mises en évidence sur les précédentes images

à l'échelle x2000. Ainsi on constate que ces zones sont composées d'une multitude de nanocraquelures. L'augmentation du taux surfacique de vide induite par la formation de ces nanocraquelures serait donc responsable de l'assombrissement plus ou moins important des images à plus grande échelle. Notons que près du fond d'entaille on peut voir sur la figure III.20(c) que les nanocraquelures sont clairement beaucoup moins nombreuses qu'au centre(aire des zones sombres plus faible) de l'échantillon et l'on confirme également ce qui avait été observé à l'échelle x2000, à savoir que les cavités nanométriques sont plus nombreuses et de taille légèrement plus importante à proximité de l'entaille. Afin d'approfondir ce raisonnement, on décide de diminuer une dernière fois et assez fortement l'échelle en portant l'agrandissement à x20000.

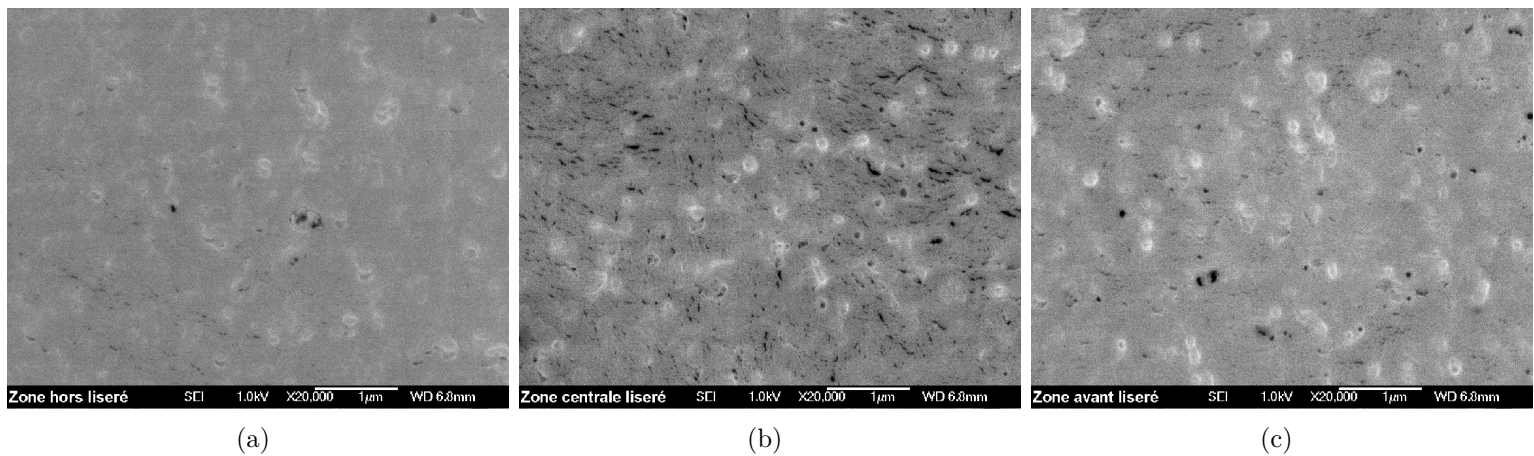


FIGURE III.21 – (a) : Image MEB préparée en ultra-cryo-microtomie sur l'échantillon TE1-B réalisée dans la zone hors liseré à l'échelle x20000 en mode SEI ;(b) : Image MEB sur l'échantillon TE1-B réalisée dans la zone centrale du liseré à l'échelle x20000 en mode SEI ; (c) : Image MEB préparée en ultra-cryo-microtomie sur l'échantillon TE1-B réalisée dans la zone avant du liseré (près du fond d'entaille) à l'échelle x20000 en mode SEI.

Les nanocraquelures apparaissent désormais clairement sur l'image de la figure III.21(b) dans la zone centrale du liseré, l'image de la figure III.21(a) hors du liseré en étant dépourvue. Notons qu'à cette échelle, le matériau s'interprète comme un composite. La matrice est constituée de nanocraquelures qui «germent» puis croissent en suivant une direction privilégiée qui semble correspondre à celle des lamelles cristallines. Le renfort apparaît quant à lui sur l'image en blanc sous forme de nodules faisant obstacles à la propagation des nanocraquelures. Rappelons que le grade de PolyOxyMéthylène constituant la pièce industrielle étudiée est amélioré choc grâce à l'introduction de nodules d'élastomère et plus précisément de SBR (styrène-butadiène rubber), ces dernières ayant été révélées par l'analyse de la composition chimique du matériau (cf. paragraphe B.I). L'image de la figure III.21(c) confirme par ailleurs l'analyse faite à l'échelle x5000 près du fond d'entaille à savoir que dans cette zone le taux surfacique de nanocraquelures est nettement plus faible tandis que les cavités nanométriques sont au moins aussi nombreuses qu'au centre de l'échantillon et de taille moyenne légèrement

supérieure. Ainsi ces images montrent que la germination des nanocraquelures augmente à mesure que l'on se rapproche du centre de l'échantillon. Par ailleurs on s'interroge sur le fait de constater près du fond d'entaille à la fois une germination faible de nanocraquelures tout en ayant une croissance de cavités nanométriques relativement importante. En effet, l'augmentation de la pression hydrostatique favoriserait la germination des nanocraquelures mais aurait peu d'influence sur la croissance des cavités nanométriques qui se forment vraisemblablement à partir d'une ou de plusieurs nanocraquelures coalescées.

Les interprétations des observations qui viennent d'être faites sont confortées par l'analyse du facies de rupture toujours sur le même échantillon TE1-B (cf. figure III.22(a)). Précisons que lors de la phase de préparation des échantillons pour observations tomographiques plusieurs secteurs de petites tailles, découpés dans l'éprouvette interrompue TE1-B, avaient rompu de façon «fragile» dans la zone de blanchiment. C'est donc bien le facies de rupture de l'un de ces secteurs rompus qui est analysé.

On peut en effet confirmer ce qui vient d'être dit précédemment en observant l'image de la figure III.22(b) dans la zone centrale étant donné que celle-ci montre bien que la cavitation suit une direction privilégiée qui semble correspondre à la direction des lamelles cristallines des sphérolites. L'image de la figure III.22(c) réalisée près du fond d'entaille conforte par ailleurs le fait que l'endommagement se développe beaucoup moins dans cette zone.

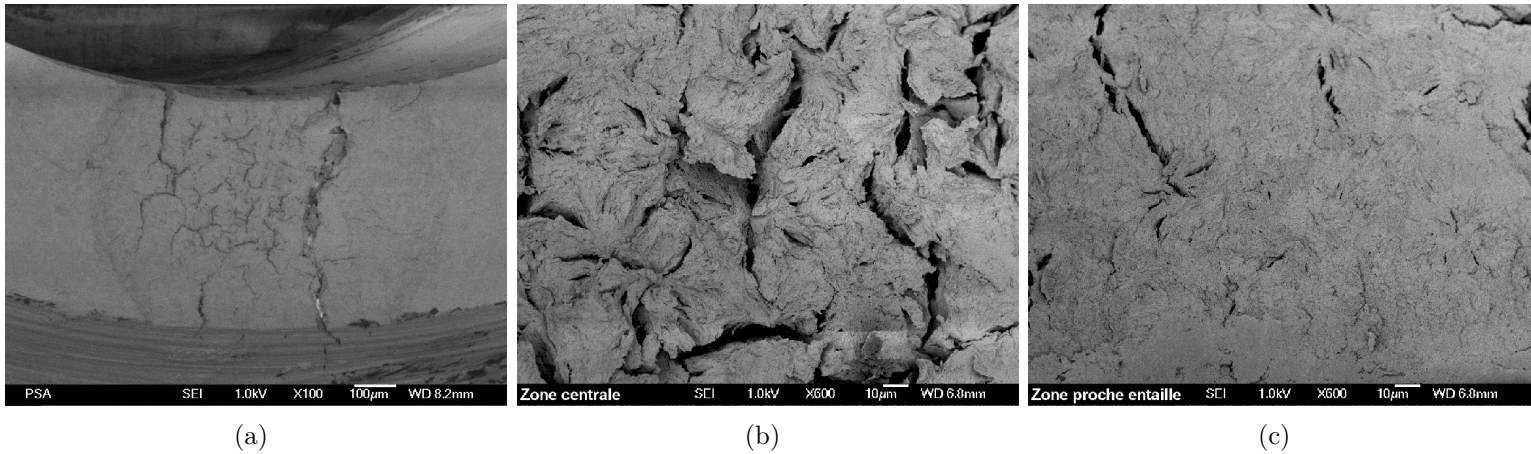


FIGURE III.22 – (a) : Image MEB d'une vue globale du facies de rupture correspondant à l'échantillon TE1-B réalisée à l'échelle x1000; (b) : Image MEB sur le facies de rupture de l'échantillon TE1-B réalisée dans la zone centrale à l'échelle x600; (c) : Image MEB sur le facies de rupture de l'échantillon TE1-B réalisée près de l'entaille à l'échelle x600.

L'image de la figure III.23(a), réalisée à plus faible échelle, montre un peu plus clairement les directions de propagation des micro-fissures. Finalement, on choisit de présenter l'image de la figure III.23(b) sur laquelle on distingue nettement les nanocraquelures ainsi que les cavités nanométriques décrites jusqu'à présent. Cette image résume également assez bien les mécanismes d'endommagement évoqués précédemment et cela tout au long du chargement

jusqu'à la rupture finale.

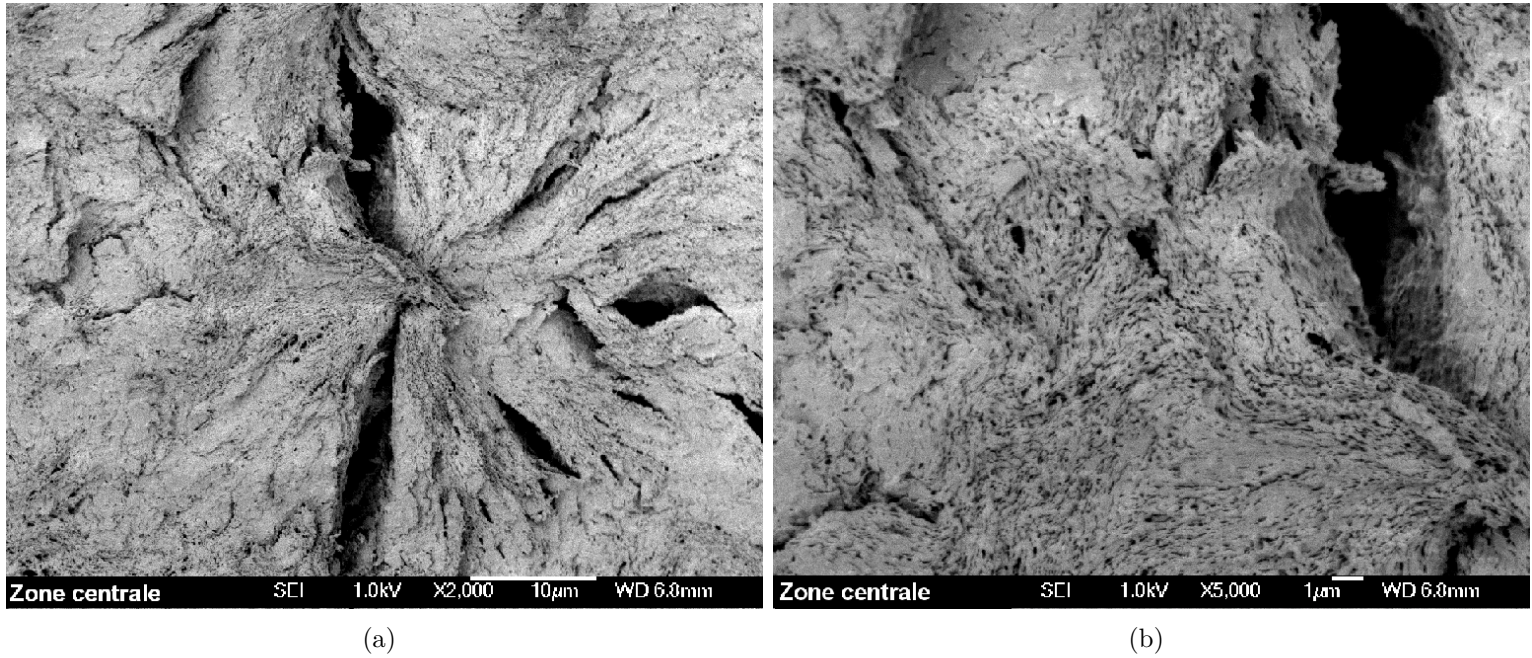


FIGURE III.23 – (a) : Image MEB sur le facies de rupture de l'échantillon TE1-B réalisée dans la zone centrale à l'échelle x2000; (b) : Image MEB sur le facies de rupture de l'échantillon TE1-B réalisée dans la zone centrale à l'échelle x5000.

Cette analyse du matériau en ultra-cryo-microtomie avait notamment pour objectif de compléter les résultats obtenus à partir de la tomographie synchrotron. Ainsi, les observations MEB montrent principalement que la population majoritaire d'entités liées à l'endommagement du matériau est constituée de nanocraquelures dont la longueur moyenne est de l'ordre de 50 nm. Celles-ci montrent également que la distribution de cette population dans l'épaisseur de l'échantillon TE1-B est similaire à celle constatée en tomographie à savoir un taux de nanocraquelures très faible près du fond d'entaille et qui augmente à mesure que l'on se rapproche de la zone centrale. Compte tenu de ces résultats, on suggère que les entités «disque de craquelure» mises en évidence sur les images tomographiques ne sont pas des craquelures à part entière mais bien des zones dans lesquelles le taux de nanocraquelures est plus élevé d'où une couleur plus foncée due à une densité locale de matière plus faible.

A.IV Distribution spatiale du taux de porosité

Les deux précédentes analyses ont notamment permis de mettre en exergue un gradient d'endommagement composé de nanocraquelures apparaissant sous forme d'entités de type «disque de craquelure» sur les images tomographiques. Afin de quantifier l'endommagement du point de vue de l'évolution temporelle de sa distribution spatiale au cours du chargement on choisit de s'appuyer sur les images réalisées en tomographie synchrotron sur les échantillons TE1-A/B

et TE0,06-A/B. Notons que cette quantification aurait aussi pu être menée en mesurant directement le taux surfacique de nanocraquelures sur des images MEB telles que celle de la figure III.21(b) c'est-à-dire réalisées à l'échelle $\times 20000$. Cette solution a été jugée trop coûteuse notamment de par le nombre d'observations trop élevé qu'il aurait fallu effectuer pour couvrir suffisamment de surface des échantillons dans la zone blanchie. A noter à ce propos que Boisot [Boisot et al., 2011] avaient procédé ainsi sur des éprouvettes entaillées de PA11. Cependant l'échelle des images étaient beaucoup plus importante réduisant de ce fait fortement le nombre des observations à effectuer. Soulignons enfin le fait que les observations tomographiques sont plus intéressantes étant donné que d'une part la technique est non-destructive et que d'autre part les mesures sont effectuées à partir d'un volume et non d'une surface prenant ainsi en compte une quantité plus grande d'informations.

A.IV.1 Technique de mesure du taux de porosité

La technique de mesure du taux de porosité employée consiste en une binarisation des images tomographiques que composent le volume de matière scanné par le tomographe. Une fois les images binarisées à partir d'un certain niveau de seuillage choisi par l'utilisateur, on est en mesure de quantifier le taux de noir sur chaque image, valeur que l'on considère comme étant une approximation du taux surfacique de porosités ou de vide réel. Notons que la valeur du taux de noir que l'on mesure est bien évidemment directement fonction du niveau de seuillage que l'on utilise. Ainsi on verra que la pertinence de cette technique réside davantage dans l'allure de la distribution du taux de porosité que l'on obtient à partir de l'ensemble des mesures effectuées. Afin d'illustrer la méthodologie utilisée, on s'appuie sur l'image tomographique haute résolution de la figure III.24(a). L'étape consistant à choisir un niveau de seuillage des images est illustrée sur la figure III.24(b). Dans cet exemple, le niveau choisi est jugé comme étant celui qui permet d'inclure au mieux les entités que l'on considère comme étant des porosités. L'image est alors binarisée à partir de ce niveau de seuillage comme indiqué sur la figure III.24(c) et il est alors possible d'estimer le taux de porosité surfacique en mesurant le taux de noir sur l'image (5% par exemple sur celle de la figure).

Cette opération est donc répétée sur l'ensemble des images du volume et en le balayant dans la direction selon laquelle on souhaite estimer la distribution du taux de porosité. Ainsi, la distribution dans la direction radiale r de l'échantillon s'obtient en balayant image par image le volume dans la direction correspondant. Notons que les images sont dans ce cas perpendiculaire à l'axe r , soit parallèle au plan $(\theta, 0, z)$, repère indiqué sur la figure III.5. Chaque valeur obtenue en un point r donné représente alors une estimation du taux de porosité surfacique dans le plan $(\theta, 0, z)$ ainsi qu'un point sur la courbe du taux de porosité approximatif en fonction de la position r . Cette opération est illustrée pas à pas dans le prochain paragraphe.

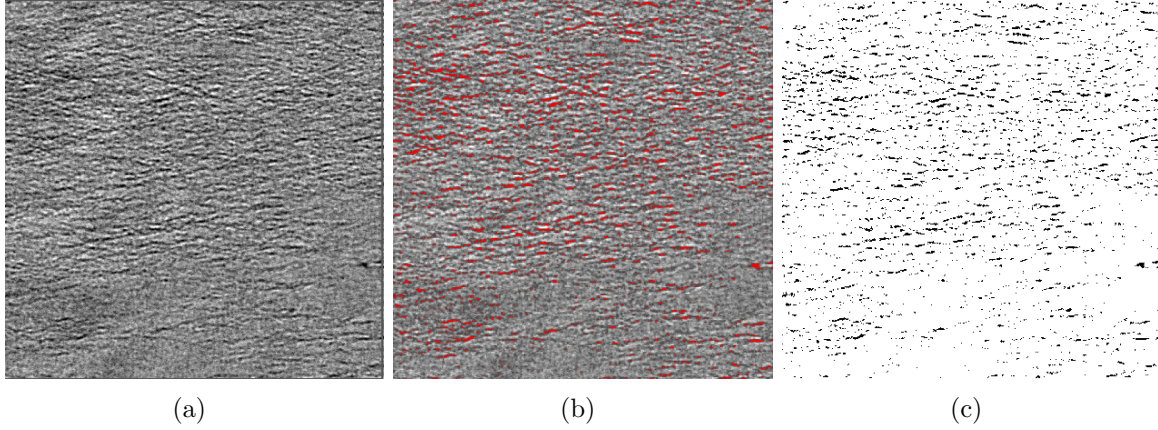


FIGURE III.24 – Illustration de la technique de mesure du taux de porosité utilisée : (a) : Image tomographique haute résolution brute prélevée au sein du volume TE1-B- ω (cf. figure III.5) dans un plan $(r,0,Z)$; (b) : Choix d'un niveau de seuillage lors de l'étape de binarisation de l'ensemble des images que composent le volume tomographique ; (c) : Image binarisée à partir du niveau de seuillage utilisé.

A.IV.2 Distribution radiale du taux de porosité

A.IV.2.1 Rayon à fond d'entaille 1 mm, à deux niveaux de chargement

La première étape de cette analyse quantitative débute par le découpage du volume total basse résolution sur chacun des deux échantillons afin d'obtenir le sous-volume d'intérêt à travers lequel les mesures de taux de porosité sont effectuées. Afin de clarifier cette première étape on réalise un dessin indiquant dans l'espace 3D en perspective la position ainsi que les dimensions de ce sous-volume parallélépipédique par rapport au volume tomographique basse résolution total de matière observée. Ainsi on peut voir sur le dessin de la figure III.25(a) que le sous-volume d'intérêt en question consiste en un parallélépipède à section carré de côté $245\ \mu\text{m}$. Notons que cette dimension est choisie volontairement égale à la hauteur des volumes haute résolution de façon à pouvoir exploiter si besoin est, certains d'entre eux afin de compléter les mesures basse résolution. La comparaison entre les mesures haute et basse résolution n'est en effet pertinente que si l'échelle des sous-volumes d'intérêt est comparable. La démarche employée afin de mesurer la distribution radiale de l'endommagement dans les échantillons TE1-A/B consiste donc à balayer image par image le sous-volume d'intérêt selon la direction r comme indiqué sur la figure III.25(b). Comme déjà mentionné plus haut, les images que l'on visualise sont dans ce cas parallèles au plan $(\theta,0,Z)$ et espacées les unes des autres de $\delta_r=1\text{px}$, soit $0,7\ \mu\text{m}$ en basse résolution. Après binarisation du sous-volume d'intérêt avec un certain niveau de seuillage, on mesure sur chaque image le taux de noir sachant que l'on considère ce taux comme étant une approximation du taux surfacique de porosités affecté à la position r du centre de l'image. Notons qu'en suivant cette démarche on suppose en effet que l'ensemble des points

de l'image traitée ont comme coordonnées (r^*, θ, Z) avec $(r^*$ constant ce qui est inexacte puisque r varie très légèrement (images parallèles au plan $(\theta, 0, Z)$ tangent à la surface de l'entaille). A noter également implicitement que la variation d'endommagement est nulle selon la direction θ autrement dit que le taux de porosité est constant selon cette direction pour un r donné.

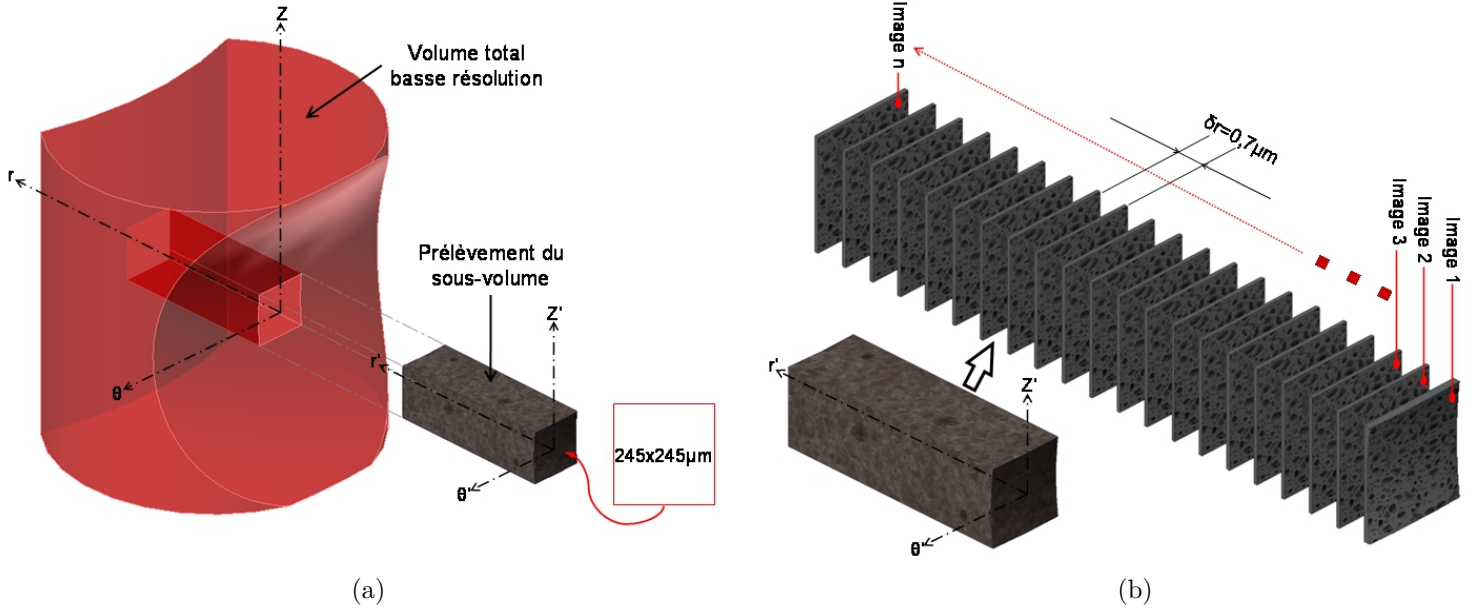


FIGURE III.25 – (a) : Dessin 3D en perspective indiquant la taille et la position du sous-volume d'intérêt prélevé dans le volume totale basse résolution des échantillons TE1-A/B ; (b) : Représentation schématique du sous-volume d'intérêt balayé image par image selon la direction r .

Avant de présenter les profils de taux de porosité obtenus observons tout d'abord les images des figures III.26(a) et III.26(b) correspondant aux volumes tomographiques basse résolution TE1-A/B binarisés avec le même niveau de seuillage et observés dans un plan $(r, 0, Z)$. Notons que l'on met également en évidence sur ces deux images le contour en pointillés des sous-volumes d'intérêt présentés juste avant. On constate que la binarisation permet effectivement de mettre en exergue sur les deux échantillons le gradient d'endommagement dont on souhaite quantifier la distribution radiale. Ainsi logiquement, on voit que le «noir» de l'échantillon TE1-A est moins dense et moins étendu suivant l'axe Z que celui de l'échantillon TE1-B, qui provient, on le rappelle, d'une éprouvette interrompue à un niveau de déformation plus élevé.

Ainsi les sous-volumes d'intérêt sont balayés image par image en suivant la démarche expliquée précédemment. Cela permet de tracer les courbes du graphe de la figure III.27(a). On visualise dans ce graphe le taux de noir, obtenu sur chaque image, en fonction de la position radiale r sur les échantillons TE1-A/B. On constate principalement que malgré une dispersion des résultats une nette tendance est obtenue. Celle-ci présente pour chacune des deux courbes une allure en «cloche». En effet, le taux de noir que l'on mesure est minimum près du fond

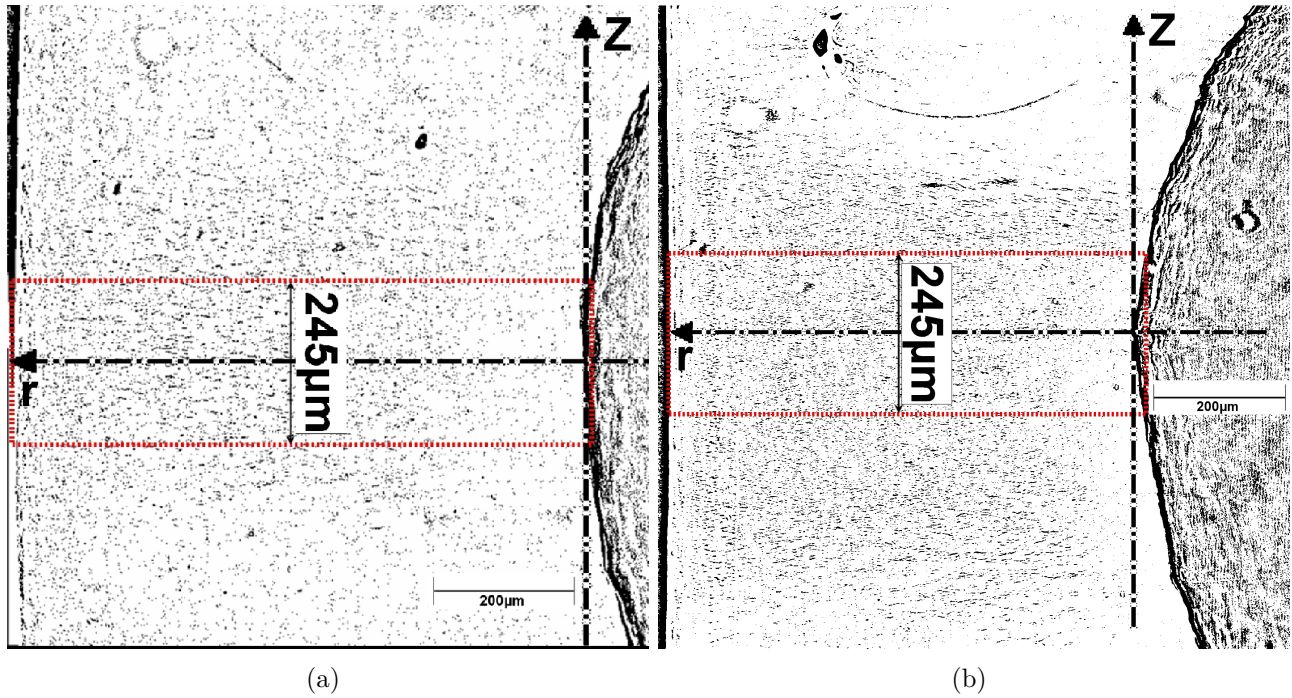
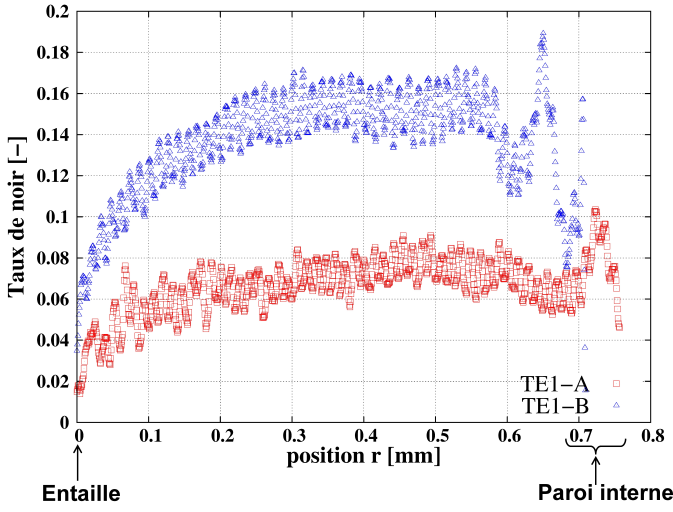


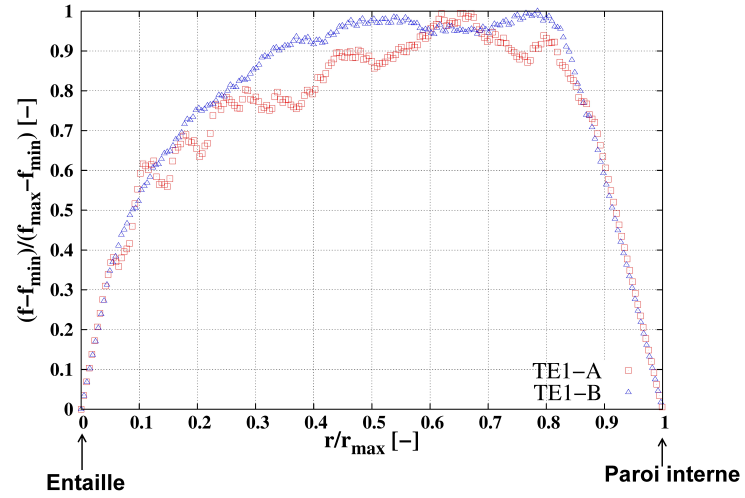
FIGURE III.26 – (a) : Volume tomographique basse résolution, réalisée sur l'éprouvette TE1-A après binarisation des images, observé dans un plan $(r,0,Z)$ et mise en évidence en pointillés du contour du sous-volume d'intérêt pour la mesure de la distribution radiale de l'endommagement ; (b) : Volume tomographique basse résolution, réalisée sur l'éprouvette TE1-B après binarisation des images, observé dans un plan $(r,0,Z)$ et mise en évidence en pointillés du contour du sous-volume d'intérêt pour la mesure de la distribution radiale de l'endommagement.

d'entaille et par ailleurs il est maximum au centre de l'épaisseur de l'échantillon. A noter qu'une incertitude existe quant aux valeurs de taux mesurées, notamment à cause du fait que celles-ci dépendent fortement du niveau de seuillage choisi pour la binarisation des images. De ce fait et afin de s'affranchir des valeurs, les courbes sont lissées puis normalisées à partir des valeurs de taux minimum et maximum comme indiqué sur la figure III.27(b). On supprime également les deux pics d'artéfact expérimentaux en fin de courbes.

Ainsi, les observations tomographiques obtenues en basse résolution ont permis à elles seules d'obtenir une tendance de la distribution radiale de l'endommagement sur les échantillons TE1-A/B. Comme déjà évoqué au cours de ce chapitre les observations réalisées en haute résolution procurent une plus grande précision moyennant la réduction du volume d'intérêt qui implique de devoir multiplier les observations afin de cartographier l'ensemble de l'échantillon dans le cas où l'on souhaite obtenir la courbe de la figure III.27(a). Comme également déjà mentionné le sur-coût expérimental lié à cette cartographie était inadmissible et de ce fait seules certaines zones des échantillons TE1-A/B avaient pu être observées en haute résolution. Ainsi comme on peut le voir sur la figure III.28 le volume α haute résolution, quasiment tangent au fond d'entaille, peut être exploité en suivant la même démarche que celle employée pour le volume



(a)



(b)

FIGURE III.27 – (a) : Courbes brutes de l'évolution du taux de porosité approximatif en fonction de la position radiale r obtenues sur les échantillons TE1-A/B; (b) : Courbes normalisées de l'évolution du taux de porosité approximatif en fonction de la position radiale r obtenues sur les échantillons TE1-A/B (Courbe TE1-A : $f_{min} \approx 1,5\%$, $f_{max} \approx 7,9\%$, $r_{max} \approx 0,76$ mm ; Courbe TE1-B : $f_{min} \approx 3,5\%$, $f_{max} \approx 15,7\%$, $r_{max} \approx 0,71$ mm).

basse résolution. Un sous-volume d'intérêt est alors extrait du volume total puis binarisé comme indiqué sur les figures III.29(a) et III.29(b).

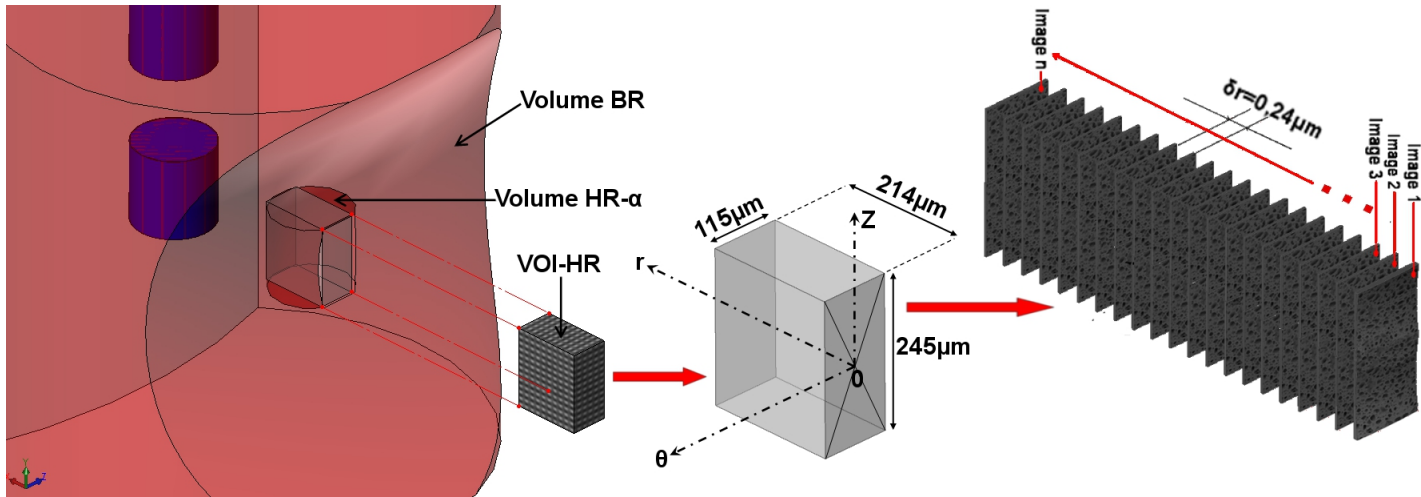


FIGURE III.28 – Dessin 3D en perspective indiquant la taille et la position du sous-volume d'intérêt prélevé dans le volume totale haute résolution α des échantillons TE1-A/B selon la direction r .

Ce sous-volume est ainsi balayé image par image dans la direction radiale comme indiqué sur la figure III.28 puis l'on trace dans le graphe de la figure III.30 l'ensemble des mesures

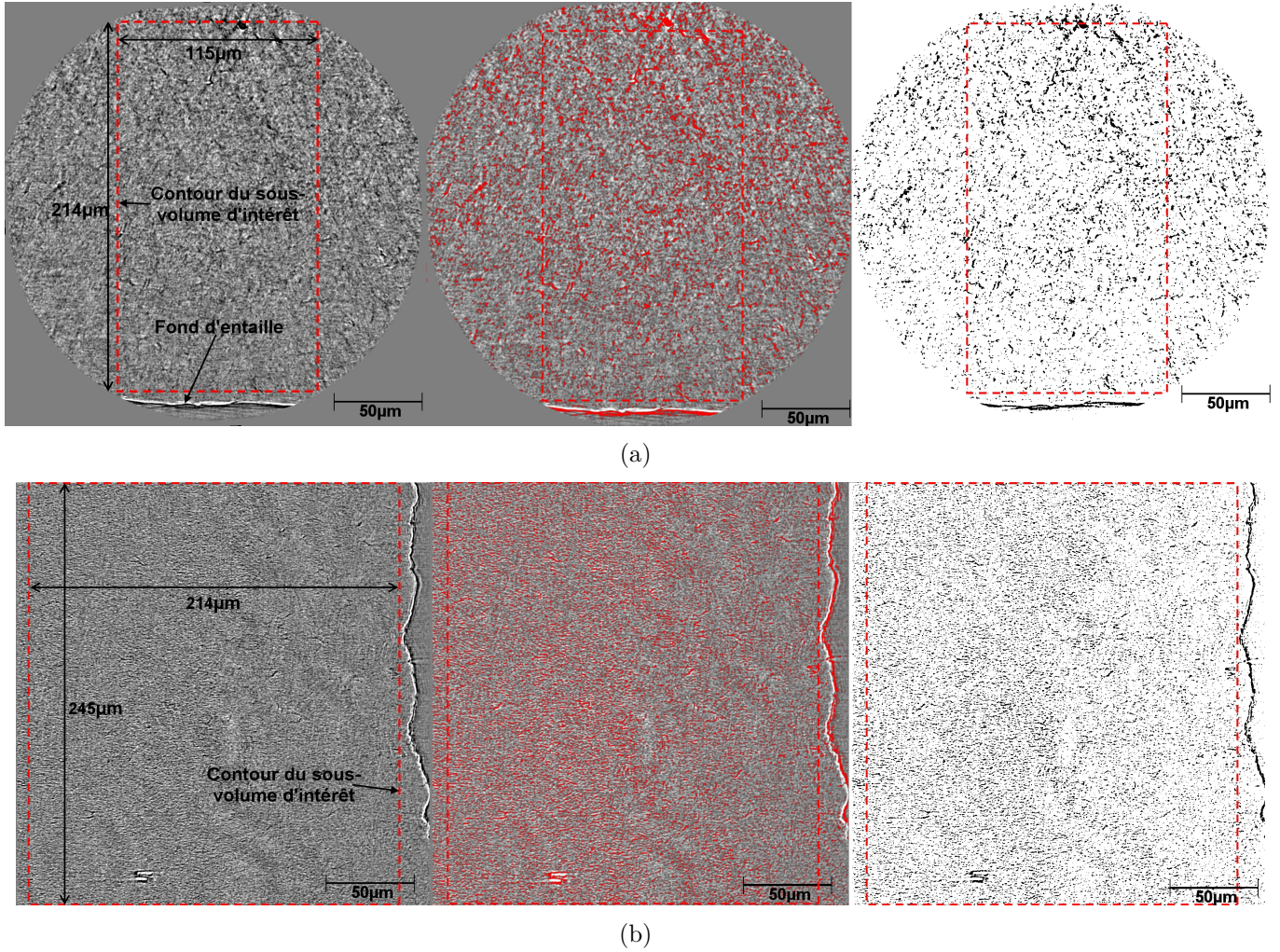


FIGURE III.29 – (a) : Opération de binarisation du volume tomographique haute résolution α effectué sur l'échantillon TE1-A (plan $r,0,\theta$) et mise en évidence en pointillés du contour du sous-volume d'intérêt pour la mesure de la distribution radiale de l'endommagement ; (b) : Opération de binarisation du volume tomographique haute résolution α effectué sur l'échantillon TE1-A (plan $(r,0,Z)$) et mise en évidence en pointillés du contour du sous-volume d'intérêt pour la mesure de la distribution radiale de l'endommagement.

de taux de noir effectuées. On obtient ainsi l'évolution approximative du taux de porosité en fonction de la position r pour les deux échantillons TE1-A/B sachant que l'écart entre chaque point correspond à l'écart entre deux images à savoir $\delta_r = 0,24\mu\text{m}$.

Ainsi les deux courbes obtenues présentent une allure croissante reflétant le début du gradient d'endommagement dans la direction radiale et ce jusqu'à la position $r \approx 0,2 \text{ mm}$. A noter que logiquement la résolution plus grande permet d'obtenir une dispersion plus faible que celle obtenue en basse résolution (cf. figure III.27(a)). On est par ailleurs en mesure de confronter les résultats obtenus en haute et en basse résolution en effectuant une normalisation de l'ensemble des courbes jusqu'à $r=0,2 \text{ mm}$. On peut voir sur les deux graphes des figures III.31(a)

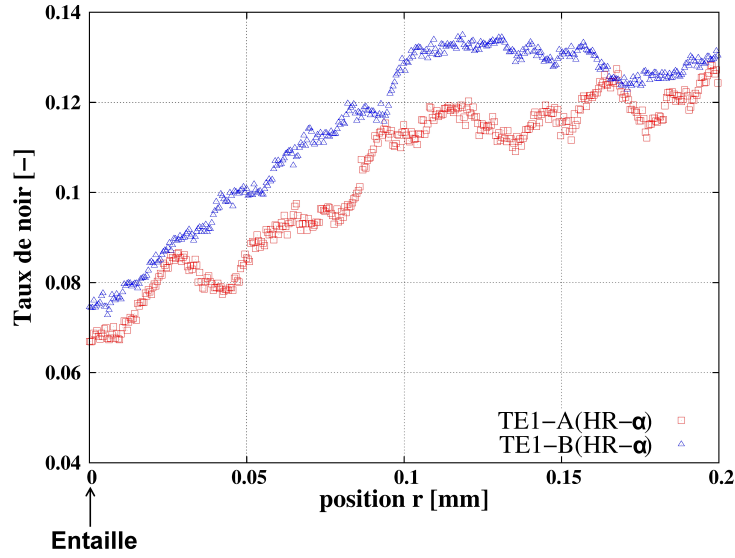


FIGURE III.30 – Courbes brutes de l'évolution du taux de noir en fonction de la position radiale r obtenues à partir des volumes tomographiques haute résolution α des échantillons TE1-A/B.

et III.31(b) le résultat de cette superposition et l'on constate premièrement que les allures des courbes HR et BR obtenues sur l'échantillon TE1-A (figure III.31(a)) sont semblables. En ce qui concerne le deuxième échantillon TE1-B (figure III.31(b)), les allures se suivent jusqu'à environ $r/r_{max} \approx 0,45$ puis on assiste à un léger «décrochage» de la courbe TE1-B(HR- α). On constate finalement de nouveau des allures concordantes à partir de $r/r_{max} \approx 0,85$.

A.IV.2.2 Rayon 0,06 mm, 2 niveaux de chargement

Il s'agit désormais d'appliquer la même démarche que précédemment aux échantillons TE0,06-A/B. Ainsi concernant tout d'abord l'échantillon TE0,06-A, on constate sur l'image tomographique de la figure III.32(a) que l'endommagement à ce stade du chargement est encore très faible ce qui permet d'obtenir une information capitale sur la localisation de l'endommagement. On peut notamment voir sur l'image que celui-ci commence à se développer à proximité du fond d'entaille et non à mi-épaisseur légèrement déporté vers la surface interne comme c'est le cas sur les éprouvettes TE1.

Concernant maintenant l'échantillon TE0,06-B, on constate principalement sur l'image tomographique de la figure III.32(b) que le maximum d'endommagement à ce plus haut niveau de déformation semble s'être décalée vers le centre de l'épaisseur.

On effectue les mesures de distribution radiale sur ces deux échantillons en employant la technique décrite au cours du précédent paragraphe. Notons qu'une modification est apportée aux caractéristiques géométriques des sous-volumes d'intérêt à savoir que, comme indiqué sur

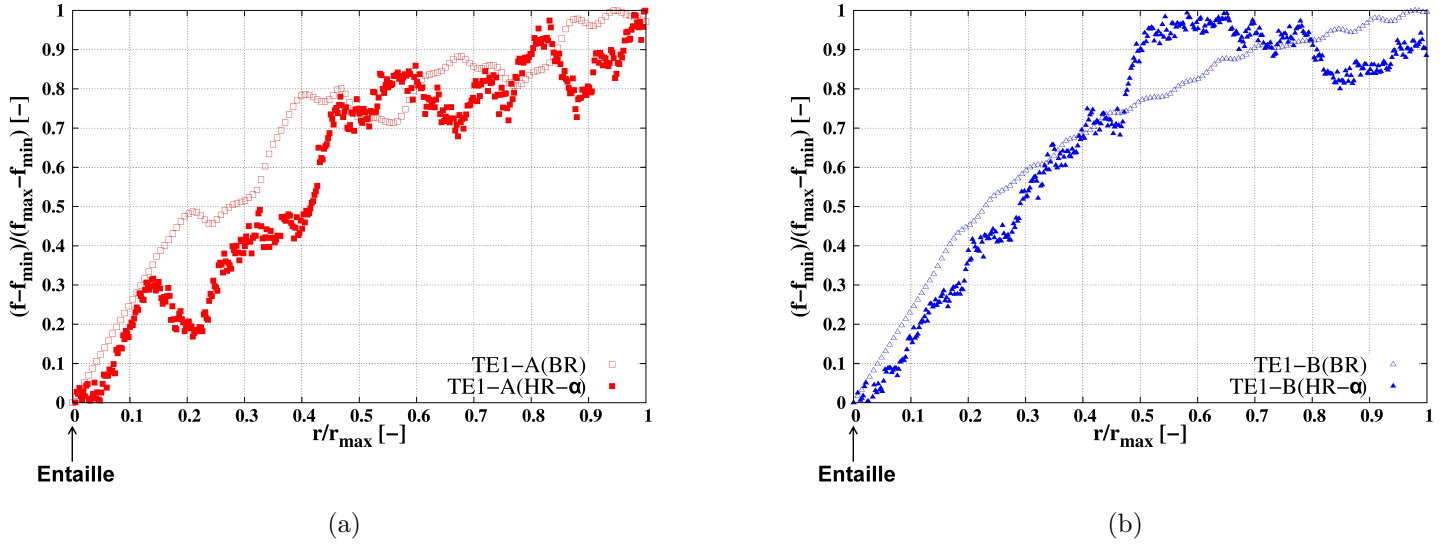


FIGURE III.31 – (a) : Courbes normalisées de l'évolution du taux de noir en fonction de la position radiale r obtenues à partir des volumes tomographiques basse et haute résolution α sur l'échantillon TE1-A (Courbe TE1-A(BR) : $f_{min} \approx 1,5\%$, $f_{max} \approx 6,5\%$, $r_{max} \approx 0,2$ mm ; Courbe TE1-A(HR- α) : $f_{min} \approx 6,7\%$, $f_{max} \approx 12,9\%$, $r_{max} \approx 0,2$ mm ; (b) : Courbes normalisées de l'évolution du taux de noir en fonction de la position radiale r obtenues à partir des volumes tomographiques basse et haute résolution α sur l'échantillon TE1-B (Courbe TE1-B(BR) : $f_{min} \approx 3,5\%$, $f_{max} \approx 13,6\%$, $r_{max} \approx 0,2$ mm ; Courbe TE1-B(HR- α) : $f_{min} \approx 7,4\%$, $f_{max} \approx 13,5\%$, $r_{max} \approx 0,2$ mm.

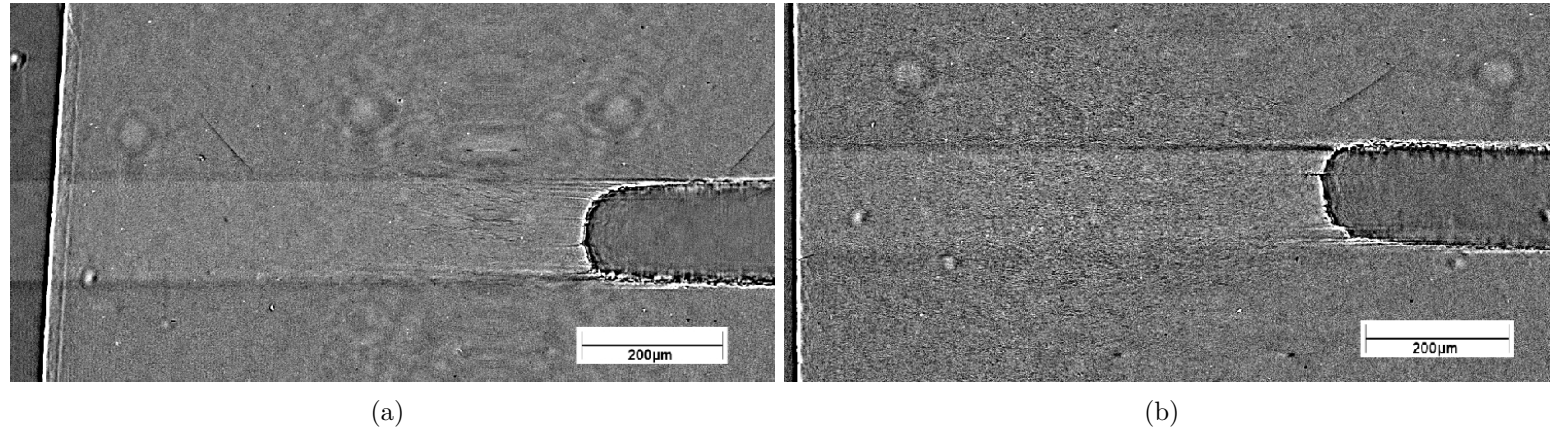


FIGURE III.32 – (a) : Image tomographique basse résolution prélevée dans le volume TE0,06-A selon un plan de coupe $(r,0,Z)$; (b) : Image tomographique basse résolution prélevée dans le volume TE0,06-B selon un plan de coupe $(r,0,Z)$.

les images binarisées des figures III.34(a) et III.34(b), la hauteur de ceux-ci est réduit à 100 μm afin que les deux lignes intempestives sombres d'artéfacts expérimentaux situées de part et d'autre de l'encadré rouge soient exclues des mesures. On peut voir sur le graphe de la figure III.34(a) les deux courbes brutes résultant des mesures effectuées image par image au sein des

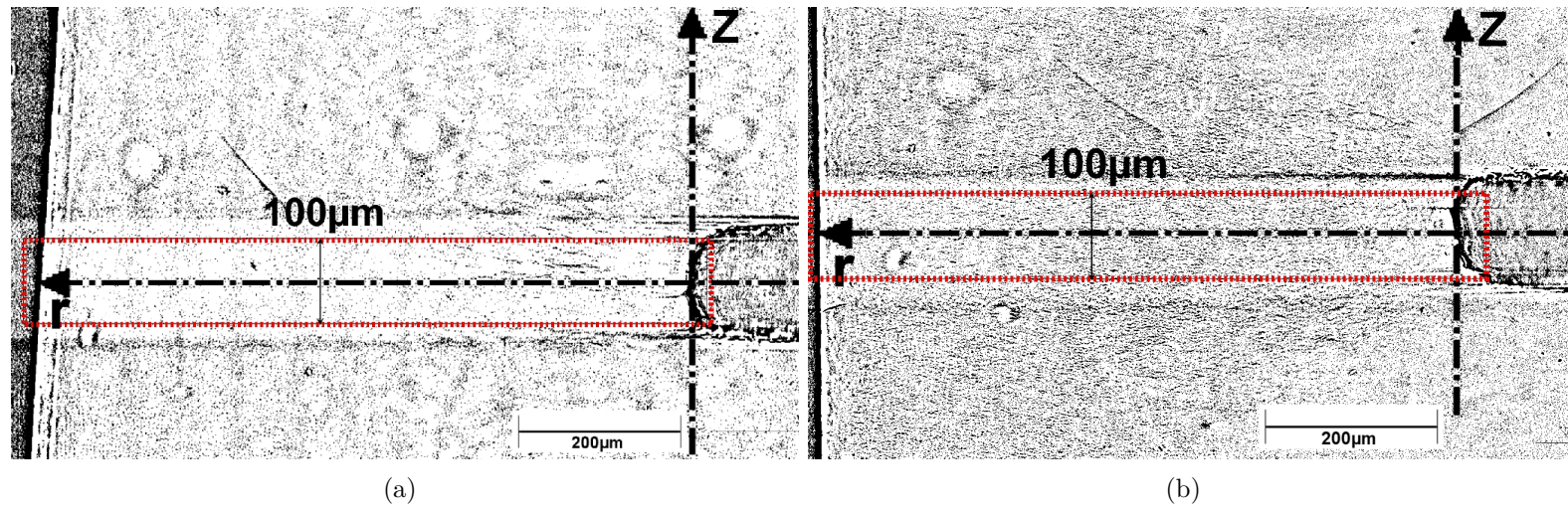


FIGURE III.33 – (a) : Volume tomographique basse résolution TE0,06-A après binarisation des images observé dans un plan $(r,0,Z)$ et mise en évidence en pointillés du contour du sous-volume d'intérêt pour la mesure de la distribution radiale de l'endommagement ; (b) : Volume tomographique basse résolution TE0,06-B après binarisation des images observé dans un plan $(r,0,Z)$ et mise en évidence en pointillés du contour du sous-volume d'intérêt pour la mesure de la distribution radiale de l'endommagement.

sous-volumes d'intérêt binarisés. Les résultats obtenus viennent ainsi confirmer les analyses faites juste avant à propos de la délocalisation du maximum d'endommagement au cours du chargement, celui-ci se situant dans un premier temps près du fond d'entaille puis se dirigeant vers le centre de l'échantillon.

A.IV.3 Distribution axiale du taux de porosité

A.IV.3.1 Rayon 1 mm, 2 niveaux de chargement

L'analyse quantitative de l'endommagement du matériau avait ainsi également pour objectif d'estimer la distribution du taux de porosité dans la direction axiale selon z des échantillons TE1-A/B et TE0,06-A/B prélevés sur les éprouvettes interrompues. Ainsi on débute ce paragraphe en se focalisant sur les résultats qui concernent les échantillons TE1-A/B en commençant par mettre en évidence dans la figure III.35 le sous-volume d'intérêt à partir duquel on effectue les mesures approximatives de taux de porosité image par image. On peut voir que celui-ci présente une section carrée identique à celle du sous-volume prélevé dans la direction radiale (figures III.25(a) et III.25(b) du §A.IV.2) à savoir $245 \mu\text{m}$ de côté. Par ailleurs notons que dans ce cas les images sont parallèles au plan $(r,0,\theta)$.

On commente désormais les figures III.36(a) et III.36(b) où sont indiqués par des traits en pointillés rouges les contours des sous-volumes d'intérêt sur les images tomographiques binarisées des échantillons TE1-A/B déjà présentées au paragraphe A.IV.2. On constate qu'ils sont

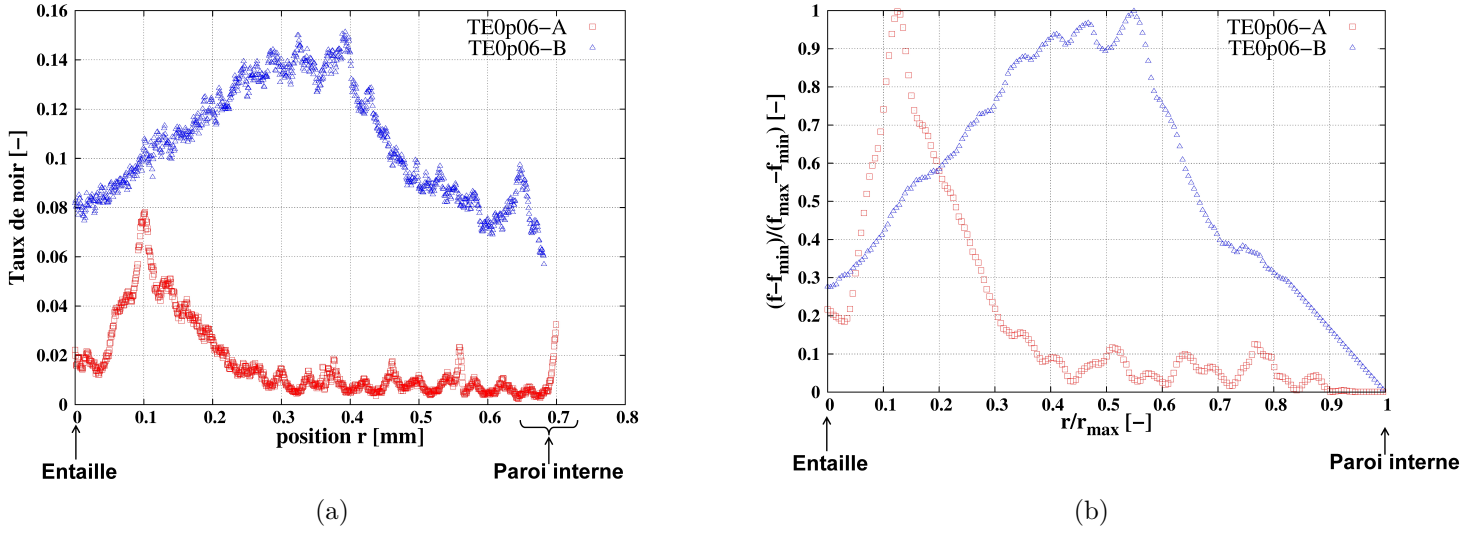


FIGURE III.34 – (a) : Courbes brutes de l'évolution du taux de noir en fonction de la position radiale r obtenues sur les échantillons TE0,06-A/B; (b) : Courbes normalisées de l'évolution du taux de noir en fonction de la position radiale r obtenues sur les échantillons TE0,06-A/B (Courbe TE0,06-A : $f_{\min} \approx 0,5\%$, $f_{\max} \approx 6,5\%$, $r_{\max} \approx 0,7$ mm; Courbe TE0,06-B : $f_{\min} \approx 5,7\%$, $f_{\max} \approx 14,4\%$, $r_{\max} \approx 0,682$ mm).

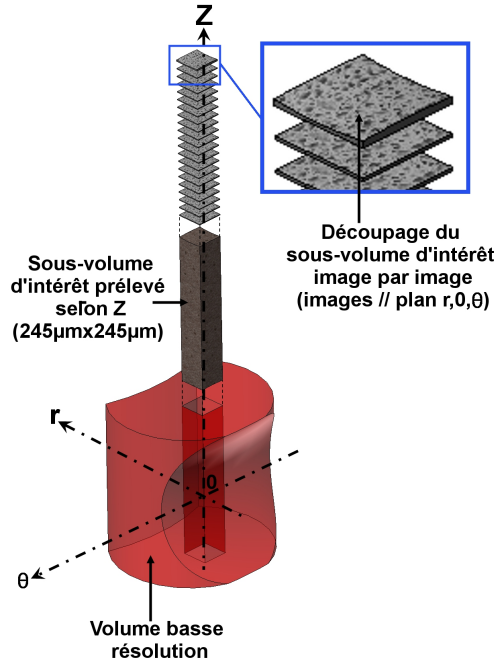


FIGURE III.35 – Dessin 3D en perspective indiquant la taille et la position du sous-volume d'intérêt prélevé dans le volume totale basse résolution des échantillons TE1-A/B selon la direction Z .

tous deux positionnés au centre des échantillons révélant ainsi l'évolution axiale de l'endomma-

gement en r égal à la demi-épaisseur.

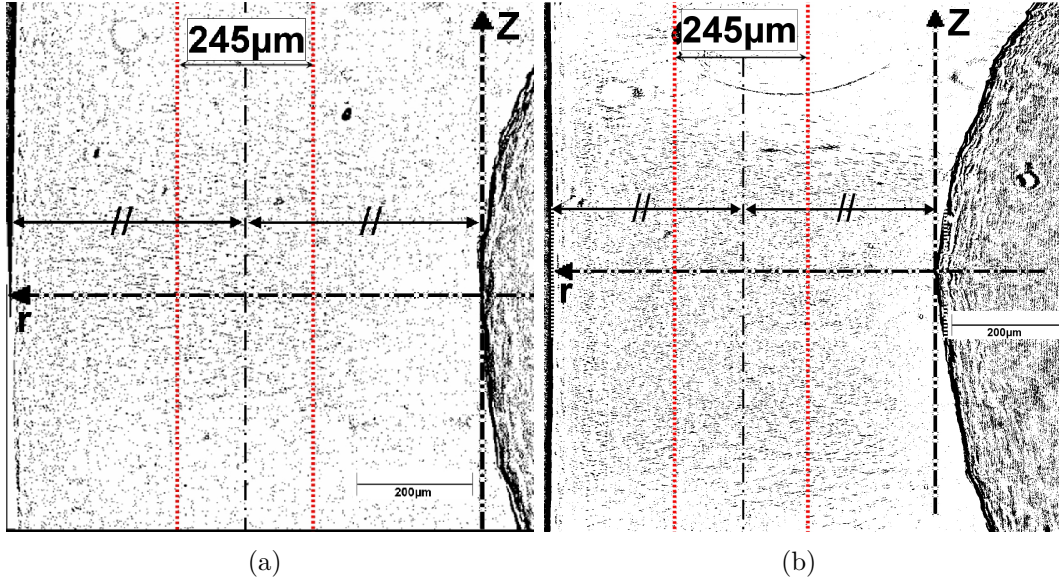


FIGURE III.36 – (a) : Volume tomographique basse résolution, réalisée sur l'éprouvette TE1-A après binarisation des images, observé dans un plan $(r,0,Z)$ et mise en évidence en pointillés du contour du sous-volume d'intérêt pour la mesure de la distribution axiale de l'endommagement ; (b) : Volume tomographique basse résolution, réalisée sur l'éprouvette TE1-B après binarisation des images, observé dans un plan $(r,0,Z)$ et mise en évidence en pointillés du contour du sous-volume d'intérêt pour la mesure de la distribution axiale de l'endommagement.

Les sous-volumes d'intérêt sont balayés image par image ce qui permet de tracer les courbes du graphe de la figure III.37(a). On visualise dans ce graphe le taux de noir, obtenu sur chaque image, en fonction de la position axiale z sur les échantillons TE1-A/B. On constate principalement que malgré une assez forte dispersion des résultats une nette tendance est obtenue. Notons que la courbe que l'on obtient pour l'échantillon TE1-A présente une allure en « cloche » tandis que sur l'échantillon TE1-B la forme de la courbe s'apparente davantage à un « créneau ». A noter que contrairement à l'échantillon TE1-A où le maximum de taux de porosité se situe approximativement au centre en $z=0$, on constate que sur l'échantillon TE1-B le taux maximal n'est pas localisé au centre mais en $z \approx \pm 0,2mm$ produisant de ce fait un créneau légèrement concave en forme de « M ». On assiste ainsi à un déplacement du maximum de taux de porosité avec l'augmentation de la l'ouverture d'entaille. Brusselle-Dupend, Rosenberg et Adrien [Brusselle-Dupend et al., 2011] ont constaté le même type d'allure de distribution radiale du taux de porosité sur des éprouvettes AE2.

Cette allure en forme de « M » peut par ailleurs s'expliquer en raisonnant à partir de l'évolution possible du maximum de taux de triaxialité des contraintes au cours du chargement. En effet, on sait qu'initialement (à $t=t_0$) celui-ci est situé au centre de l'éprouvette comme indiqué sur le schéma de gauche de la figure III.38(a). Au cours du chargement l'entaille s'émousse et son rayon augmente. Ainsi dans le cas extrême où ce rayon tend vers l'infini l'éprouvette entaillée

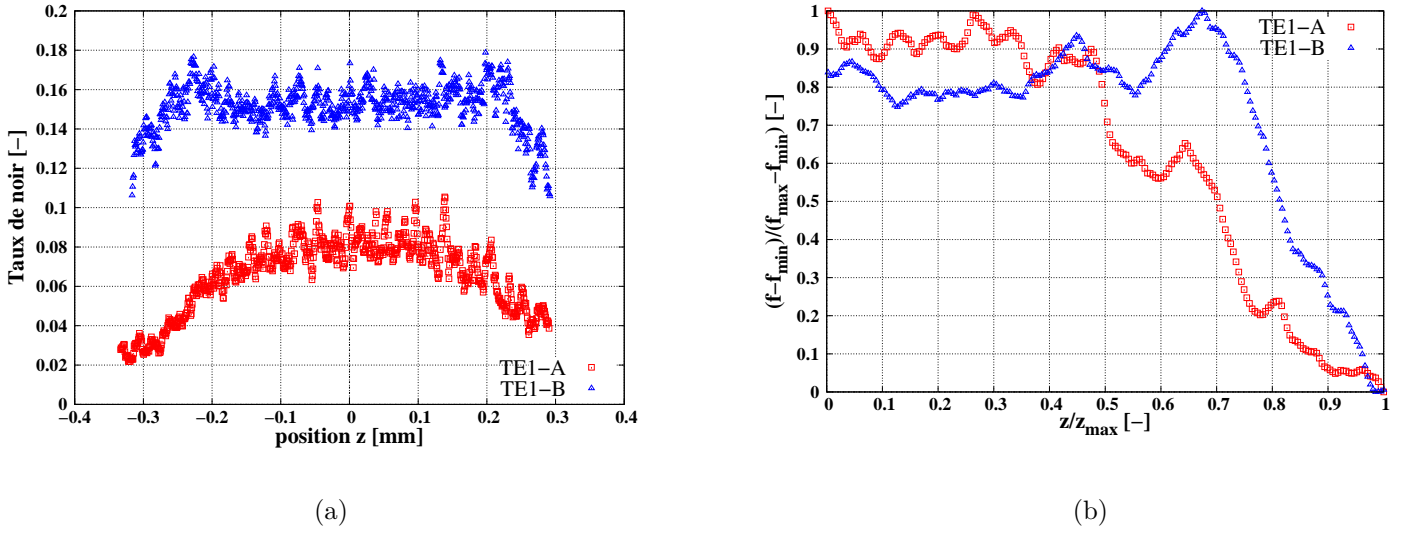


FIGURE III.37 – (a) : Courbes brutes de l'évolution du taux de noir en fonction de la position axiale Z obtenues sur les échantillons TE1-A/B; (b) : Courbes normalisées de l'évolution du taux de noir en fonction de la position axiale Z obtenues sur les échantillons TE1-A/B.

redevient une éprouvette lisse comme indiqué sur le schéma de droite de la figure III.38(a). Dans ce cas de figure, la position du maximum de taux de triaxialité se situe théoriquement à mi-épaisseur et au niveau du centre des congés de cette nouvelle éprouvette lisse induisant de ce fait une vitesse de croissance des porosités maximale en ces points pouvant conduire finalement au «M» caractéristique. Notons qu'un tel scénario n'est pas à exclure sur l'éprouvette TE1-B car comme le montre la photo de la figure III.38(b) l'émoussement de l'entaille au moment de l'interruption de l'essai est assez important.

A.IV.3.2 Rayon 0,06 mm, 2 niveaux de chargement

On présente maintenant les résultats obtenus sur les échantillons TE0,06-A/B. Ainsi concernant l'échantillon TE0,06-A, on constate tout d'abord sur l'image tomographique de la figure III.39(a) que le sous-volume d'intérêt en pointillés rouges est à présent décalé par rapport au centre de l'échantillon à savoir qu'il se situe à environ $140 \mu\text{m}$ du fond d'entaille coïncident avec la zone endommagée. On choisit en effet de le positionner de la sorte non seulement à cause de la forte localisation de l'endommagement au voisinage du fond d'entaille mais également vis-à-vis du fait qu'un positionnement central ne produirait bien entendu aucun résultat étant donné qu'au centre l'endommagement est imperceptible. Concernant maintenant l'échantillon TE0,06-B, on constate sur la figure III.39(b) que le sous-volume d'intérêt correspondant est repositionné à mi-épaisseur, l'endommagement étant beaucoup plus homogène à ce niveau de chargement.

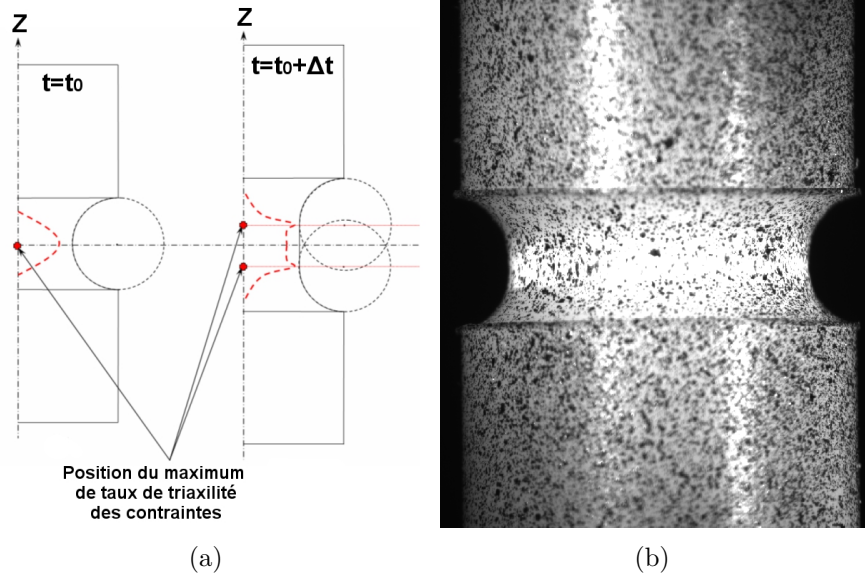


FIGURE III.38 – (a) : Schéma illustrant l'une des évolutions possibles de la position du maximum de taux de triaxialité des contraintes au cours du chargement sur l'éprouvette TE1 ; (b) : Photo de l'éprouvette TE1-B prise au moment de l'interruption de l'essai.

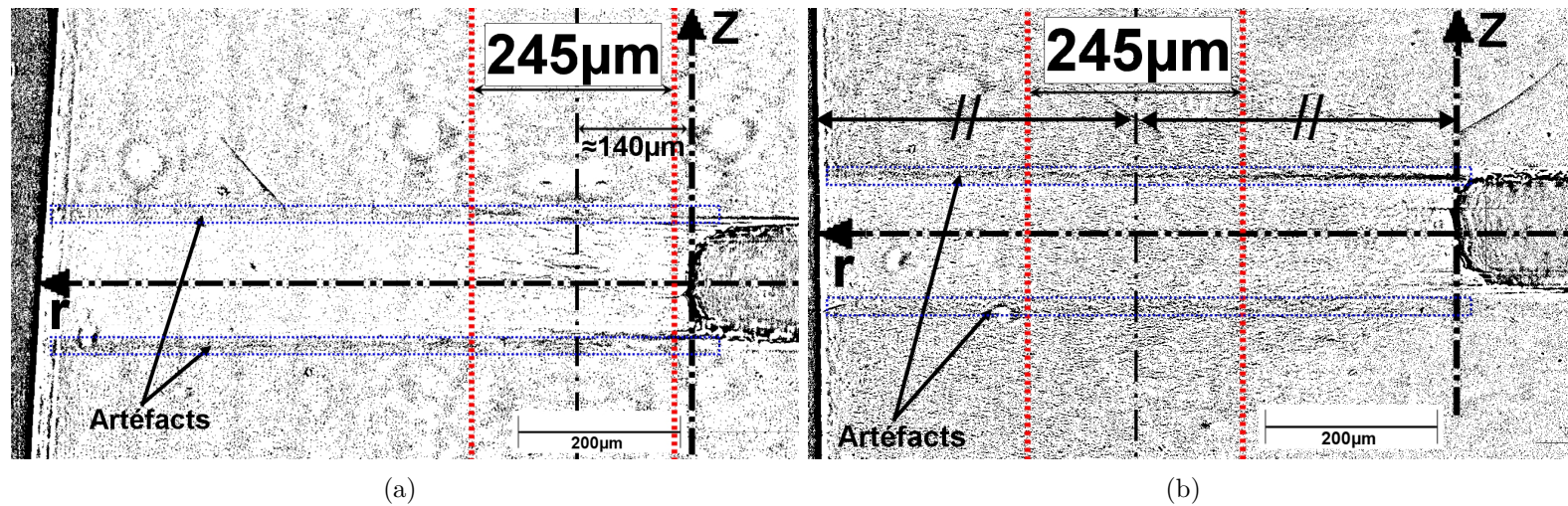
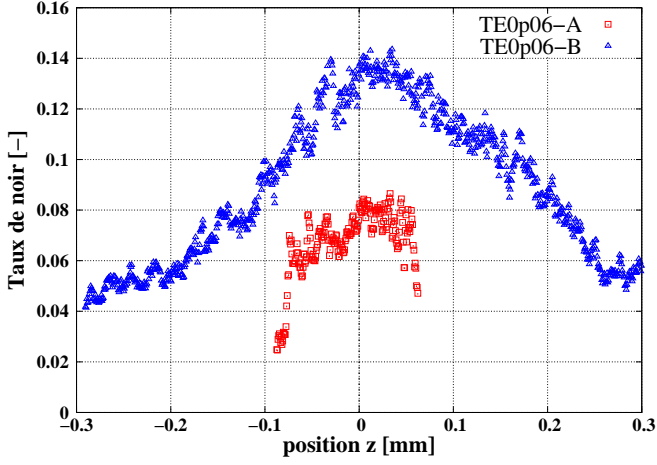


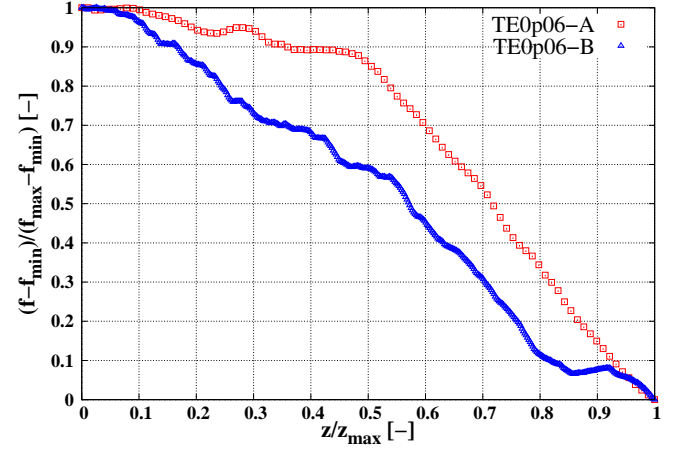
FIGURE III.39 – (a) : Volume tomographique basse résolution TE0,06-A après binarisation des images observé dans un plan $(r,0,Z)$ et mise en évidence en pointillés du contour du sous-volume d'intérêt pour la mesure de la distribution radiale de l'endommagement ; (b) : Volume tomographique basse résolution TE0,06-B après binarisation des images observé dans un plan $(r,0,Z)$ et mise en évidence en pointillés du contour du sous-volume d'intérêt pour la mesure de la distribution radiale de l'endommagement.

Ainsi après balayage image par image des sous-volumes d'intérêt selon les deux configurations décrites précédemment on obtient les courbes de la figure III.40(a). Précisons que les courbes tracées sont brutes moyennant l'élimination des mesures intempestives effectuées dans les deux bandes d'artéfacts indiquées sur les images tomographiques des figures III.39(a) et

III.39(b).



(a)



(b)

FIGURE III.40 – (a) : Courbes brutes de l'évolution du taux de noir en fonction de la position position axiale Z obtenues sur les échantillons TE0,06-A/B; (b) : Courbes normalisées de l'évolution du taux de noir en fonction de la position axiale Z obtenues sur les échantillons TE0,06-A/B.

On constate principalement que les allures des deux courbes diffèrent franchement, celle de la courbe TE0,06-A étant clairement de forme en «créneau» tandis que celle de la courbe TE0,06-B plutôt de forme en «cloche». Cette différence d'allure est probablement due au fait que les deux balayages suivant l'axe Z ne soient pas effectuées à la même position radiale r.

B Mécanismes de rupture sur éprouvette de type «Compact Tension» (CT)

On présente au cours de ce paragraphe un essai in-situ mené en laminographie synchrotron sur une éprouvette CT. L'objectif de cet essai est de recueillir des informations précises en ce qui concernent la position et l'instant d'amorçage de la rupture. On verra au cours du prochain chapitre portant sur la modélisation numérique du comportement du matériau que ces données expérimentales sont directement exploitées afin d'identifier la partie du modèle responsable de la gestion du comportement à la rupture.

B.I Protocole expérimental

Avant de présenter le protocole expérimental on précise que le principe de la laminographie synchrotron est consultable à l'annexe C.2. Ainsi la première étape consiste à mettre en place

l'éprouvette CT (épaisseur 1 mm) au sein du dispositif expérimental comme indiqué sur la figure III.41. Notons que ces éprouvettes sont conçues à partir de plaques injectées d'un grade de POM identique à celui de la pièce industrielle et fournie par la société ARaymond. Concernant le chargement, l'ouverture de l'entaille est imposée grâce à un système composé de deux mâchoires (voir la photo à droite de la figure III.41) dont l'écartement est proportionnel au nombre de tours de vis, 1 tour de vis étant égal à 1 mm d'écartement.

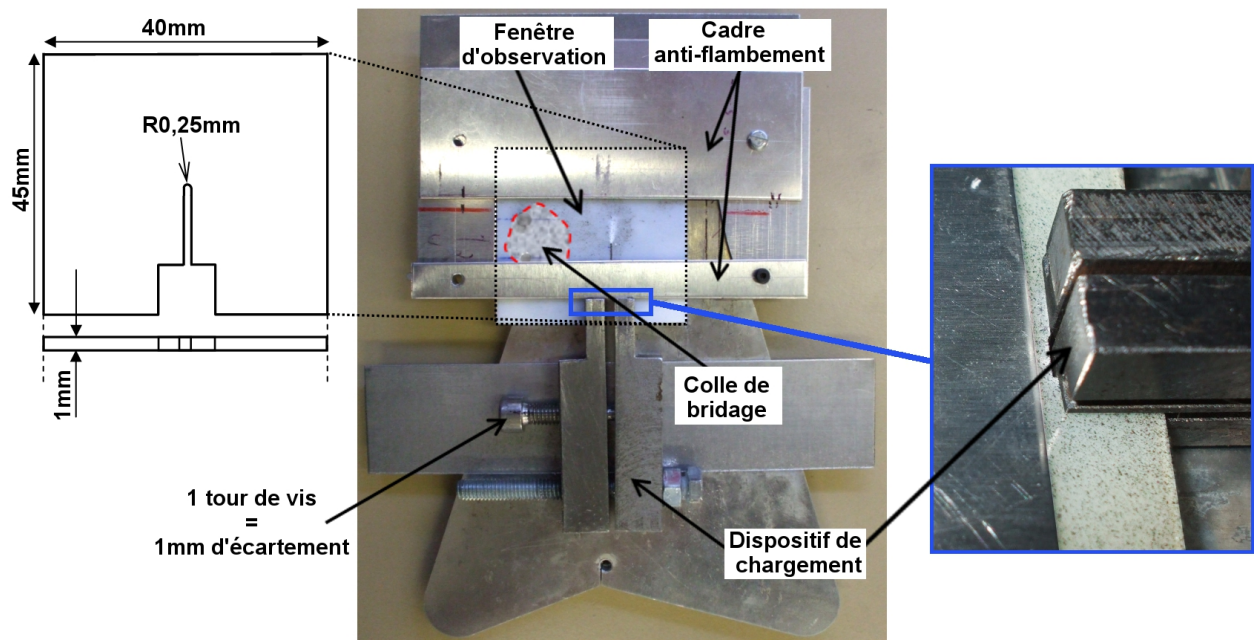


FIGURE III.41 – Mise en évidence du dispositif expérimental et de la géométrie des éprouvettes CT «Compact Tension».

Ainsi la démarche employée consiste à réaliser une observation laminographique tous les 0,5 mm d'écartement imposé. Précisons qu'une fois le chargement imposé un temps d'attente d'environ 5 minutes est respecté de façon à laisser le temps aux contraintes de se relaxer et éviter ainsi les risques d'instabilité structurelle dans la zone d'intérêt en cours d'observation pouvant provoquer un floutage des images laminographiques. A noter également que la zone d'intérêt autour du fond d'entaille est photographiée avant et après l'observation, observation dont la durée est d'environ 15 minutes.

B.II Localisation de l'amorçage et champ de porosité en fond de fissure

On peut voir tout d'abord sur la figure III.42 les quatre photographies de l'éprouvette CT prises au cours de la campagne à chaque demi tour de vis appliqué. On constate tout d'abord l'apparition du blanchiment à l'œil nu en surface près du fond d'entaille à 0,5 tr (voir la photo

n°2 en haut de la figure). On constate ensuite sur la photo n°3, correspondant à 1 tr de vis appliqué soit 1 mm d'ouverture d'entaille, que le blanchiment apparaît nettement en surface. Ainsi on choisit d'observer en laminographie synchrotron cette zone de blanchiment. On peut voir sur la figure une image laminographique prélevée au sein du volume total observé selon le plan de coupe longitudinal à mi-épaisseur de l'éprouvette CT. On constate premièrement sur l'image que la zone endommagée par cavitation est composée de microfissures et de craquelures qui coalescent puis se propagent dans la direction de la fissure macroscopique principale visible sur la photo n°4. Précisons en effet qu'une rupture fragile de l'éprouvette CT par propagation rapide d'une fissure macroscopique est observée pour un chargement égal à 1,5 mm (1,5 tr de vis) d'ouverture d'entaille. On constate sur la photo que cette fissure se propage selon une direction faisant un angle d'environ 10° par rapport à l'axe longitudinal central de l'éprouvette. A noter que cette rupture désaxée est due aux conditions limites. En effet, le point de fixation par collage rajoute, en plus du mode 1 de propagation imposé, un mode 2 induisant une contrainte de cisaillement qui provoque cette bifurcation. On constate également sur l'image laminographique la présence d'une zone dans laquelle la coalescence des craquelures est plus importante et qui correspond vraisemblablement au point d'amorçage de la fissure macroscopique principale. Laiarinandrasana et al. [Laiarinandrasana et al., 2013] ont réalisé des essais in-situ identiques notamment sur du PA6 et qui ont constaté que le point d'amorçage se situait également à mi-épaisseur et à une distance d'environ $100\ \mu\text{m}$ du fond de l'entaille. Dans notre cas l'observation effectuée en laminographie ne permet pas de mesurer cette distance étant donné que lors de l'observation le bord de l'entaille n'a pas été inclus dans le volume d'intérêt.

L'image de la figure III.43 correspond à un plan de coupe du volume d'intérêt selon la direction indiquée sur le schéma à gauche de l'image. Ainsi l'image révèle selon cette vue une zone endommagée présentant une forme évasée se rétrécissant continuellement depuis le plan longitudinal central jusqu'à la surface extérieure de l'éprouvette.

La vue en 3D du volume d'intérêt sur la figure III.44 vient confirmer la forme évasée de la zone endommagée tout en montrant également à travers les pointillés jaunes la contraction de l'éprouvette, l'épaisseur de celle-ci passant de 1 mm à 0,8 mm à ce stade du chargement soit une réduction d'environ 20%.

Finalement on peut voir sur la figure III.45 une autre vue en 3D correspondant au quart du volume d'intérêt, vue qui permet de visualiser la distribution de l'endommagement suivant les trois directions. Ainsi on constate que la géométrie de la zone endommagée dans l'espace présente un effet «tunnel».

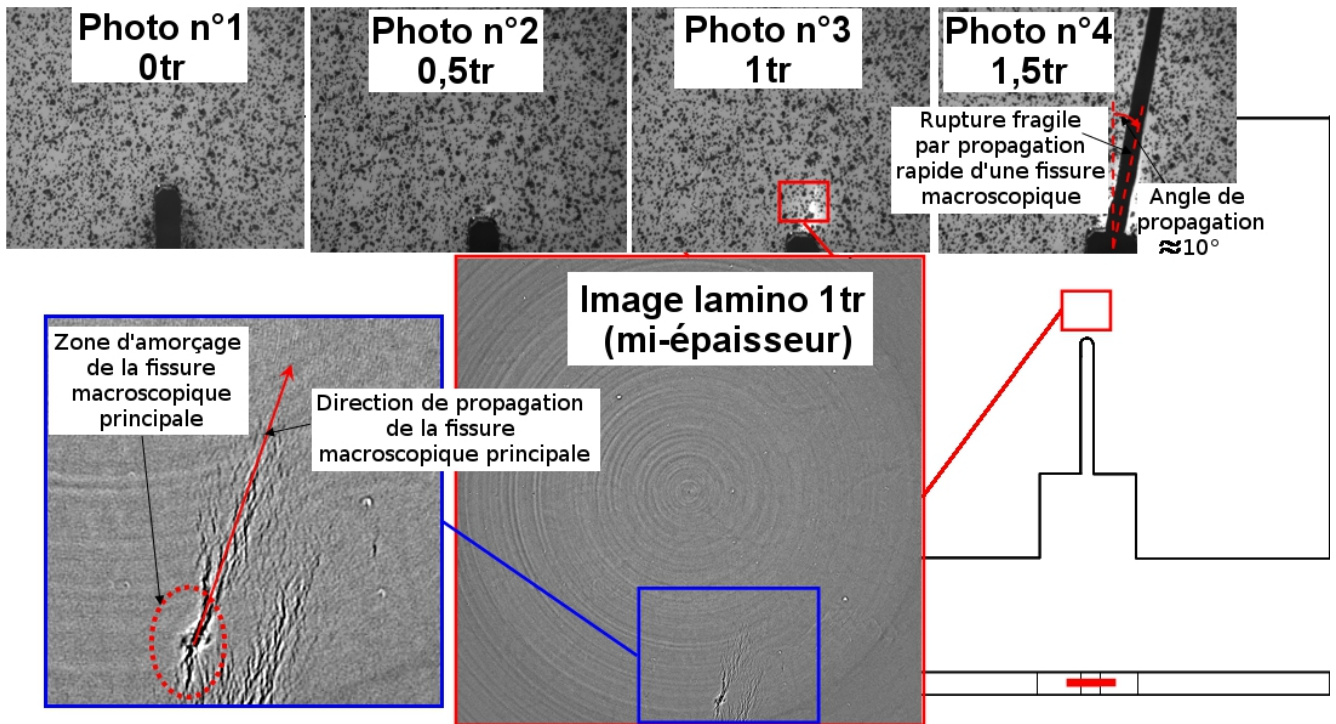


FIGURE III.42 – Observation en laminographie synchrotron sur une éprouvette CT au voisinage du fond d'entaille selon la direction longitudinale.

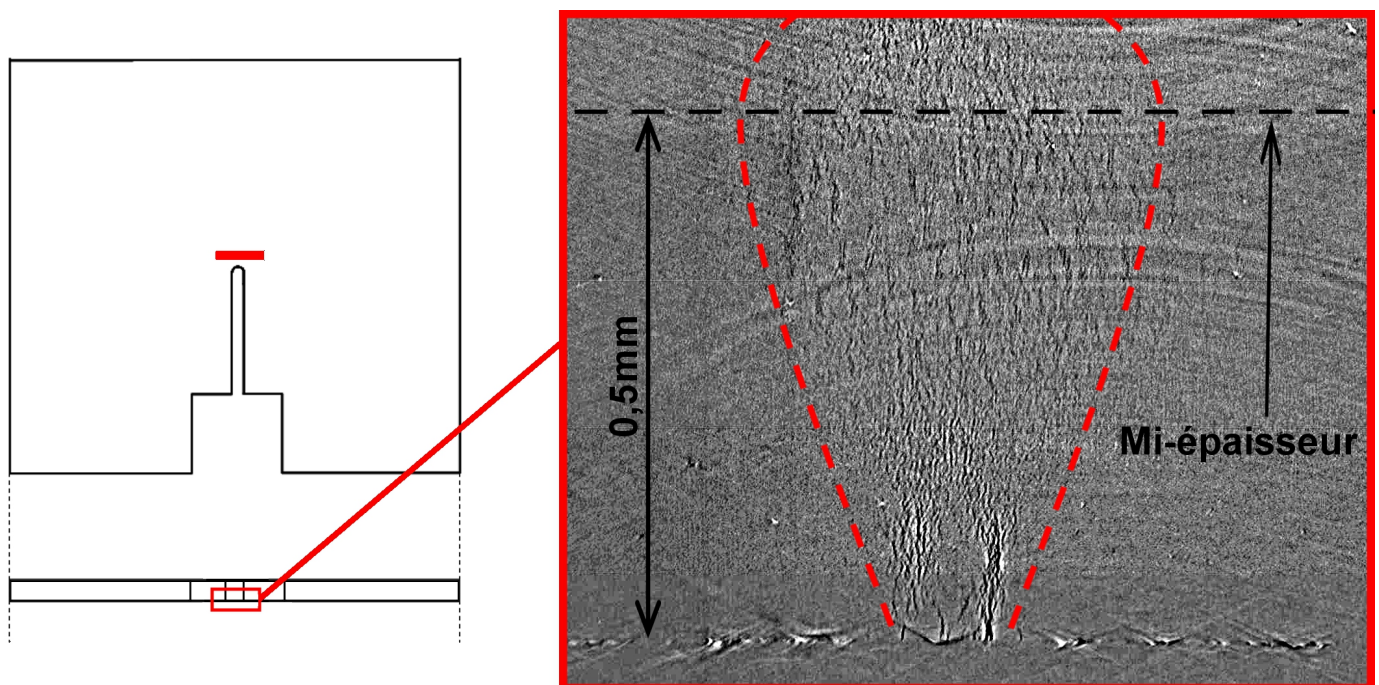


FIGURE III.43 – Observation en laminographie synchrotron sur une éprouvette CT au voisinage du fond d'entaille selon la direction transversale.

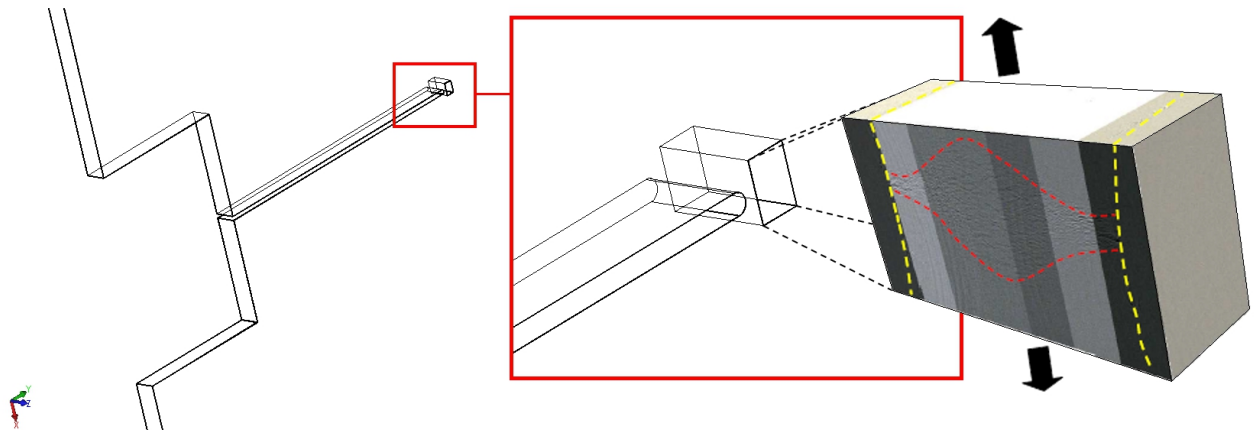


FIGURE III.44 – Contour transversal de la zone endommagée près du fond d'entaille.

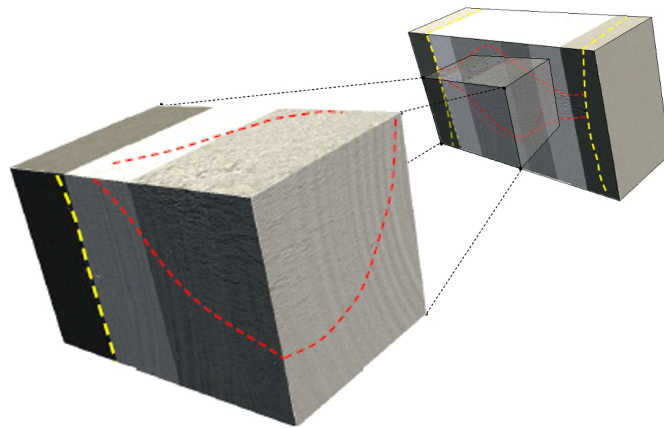


FIGURE III.45 – Contour en 3D de la zone endommagée près du fond d'entaille.

Conclusion

Au cours de ce troisième chapitre, ont été présentés les résultats d'une étude de caractérisation de l'évolution de l'endommagement au sein du matériau. Le premier paragraphe portait sur l'analyse quantitative de l'évolution de l'endommagement au cours du chargement. Des observations en tomographie synchrotron ont tout d'abord été réalisées sur des échantillons prélevés dans des éprouvettes entaillées interrompues à différents niveaux de déformation. Ces observations ont notamment permis de révéler, à deux instants d'interruption du chargement et sur les deux géométries d'entaille TE1 et TE0,06, les contours du gradient d'endommagement ainsi que la géométrie et la distribution des entités qui le composent. Ces entités de couleur sombre, que l'on surnomme «disques de craquelure», apparaissent sur les images sous forme de disques de faible hauteur ($\approx 2 \mu\text{m}$) et dont le diamètre moyen est estimé à $10 \mu\text{m}$. Celles-ci sont peu nombreuses près des bords libres au voisinage du fond d'entaille et près de

la surface interne de l'éprouvette tandis qu'elles le sont de plus en plus à mesure que l'on se rapproche du centre de l'épaisseur. Notons aussi que l'on assiste à une diminution du nombre de ces entités lorsque l'on se place au centre de l'échantillon et que l'on s'éloigne de cette position en suivant la direction du chargement (axe longitudinal Z). On a par ailleurs constaté un effet d'entaille marqué sur l'éprouvette TE0,06, c'est-à-dire un endommagement maximal localisé près du fond d'entaille qui se déplace peu à peu vers le centre de l'épaisseur de l'éprouvette tubulaire au cours du chargement. Ce phénomène ne se produit en revanche pas sur les éprouvettes TE1 et l'endommagement maximum reste positionné au centre tout au long du chargement. Une deuxième série d'observations a ensuite été conduite au MEB sur des surfaces rectifiées par ultra-cryo-microtomie dans la direction longitudinale des mêmes échantillons que ceux observés en tomographie. Ainsi les disques de craquelure, analysées sur les images tomographiques ne sont pas visibles sur les images MEB. Néanmoins, celles-ci révèlent bel et bien un gradient d'endommagement mais composé d'une population d'entités très différente de celle observée en tomographie. On constate effectivement à partir d'une échelle de x5000 la présence d'une multitude de nanocraquelures se propageant sur environ 50 nm de longueur, ces dernières étant bien entendu non-déTECTABLES en tomographie. A l'échelle la plus fine explorée (x20000), le matériau s'apparente à un composite. Les nanocraquelures «germent» puis croissent au sein d'une matrice en suivant une direction privilégiée qui semble correspondre à celle des lamelles cristallines. Le renfort, à savoir les nodules de SBR (styrène-butadiène rubber) introduites dans la composition du POM, jouent clairement le rôle d'obstacles à la propagation des nanocraquelures. Ces nanocraquelures sont également peu nombreuses près des bords libres et de plus en plus lorsque l'on se rapproche du centre de l'échantillon. De par cette distribution similaire à celle des disques de craquelure constatés en tomographie, on suggère que ces disques ne sont pas des craquelures à part entière mais bien des zones dans lesquelles le taux de nanocraquelures est plus élevé d'où une couleur plus foncée due à une densité locale de matière plus faible. L'évolution temporelle de la distribution spatiale de l'endommagement au cours du chargement a ensuite été quantifiée en s'appuyant sur les observations tomographiques. Après binarisation de l'ensemble des volumes d'intérêts, le taux surfacique de noir a été mesuré image par image en balayant le volume suivant les directions radiale et axiale des deux éprouvettes TE1 et TE0,06. Ces mesures ont ensuite permis de tracer aux deux instants d'interruption du chargement l'évolution du taux de porosité approximatif en fonction de la position radiale r d'une part et de la position axiale Z d'autre part. Les allures des courbes obtenues reflètent les interprétations faites des observations tomographiques en ce qui concerne la distribution de l'endommagement au sein des échantillons. Concernant tout d'abord la distribution radiale de l'endommagement, les courbes conservent sur l'éprouvette TE1 une allure de forme en «cloche» tout au long du chargement, le taux de porosité approximatif restant minimum près du fond d'entaille et maximum au centre de l'épaisseur de l'échantillon. Pour l'éprouvette TE0,06, les allures sont très

différentes. Comme évoqué précédemment, le taux de porosité maximal est dans un premier temps situé à environ $\delta r \approx 100 \mu\text{m}$ du fond d'entaille puis celui-ci se déplace radialement sachant qu'au deuxième instant d'interruption la distance vaut à peu près $400 \mu\text{m}$. A propos ensuite de la distribution axiale de l'endommagement sur l'éprouvette TE1, l'allure est dans un premier temps de forme en «cloche» puis celle-ci devient progressivement un «créneau» voire un «M». A l'inverse sur l'éprouvette TE0,06, l'allure présente tout d'abord une forme en «créneau» qui tend à peu à peu vers une forme en «cloche». Le deuxième paragraphe était consacré à l'analyse des mécanismes de rupture du matériau en réalisant un essai in-situ laminographie synchrotron sur une éprouvette CT «Compact Tension». Les résultats ont montré que l'amorçage de la fissure macroscopique principale intervient pour une ouverture d'entaille imposée d'environ 1 mm. Par ailleurs, la position de l'amorçage de cette fissure se situe à mi-épaisseur de l'éprouvette et à une certaine distance du fond d'entaille (non-mesurée). L'observation laminographique révèle également la distribution des craquelures au sein de l'éprouvette, à savoir un rétrécissement de la zone endommagée d'une part en partant du centre vers les surfaces extérieures et d'autre part un autre rétrécissement à mesure que l'on s'éloigne du point d'amorçage en suivant l'axe longitudinal passant par le fond d'entaille. Un effet «tunnel» est alors observé.

Bibliographie

- [Addiego, 2006] Addiego, F. (2006). Caractérisation de la variation volumique du polyéthylène au cours de la déformation plastique en traction et en fluage. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Lorraine.
- [Addiego et al., 2006] Addiego, F., Dahoun, A., G'Sell, C. & Hiver, J.-M. (2006). *Polymer* 47, 4387 – 4399.
- [Blaise et al., 2010] Blaise, A., Baravian, C., André, S., Dillet, J., Michot, L. J. & Mokso, R. (2010). *Macromolecules* 43, 8143–8152.
- [Blaise et al., 2012] Blaise, A., Baravian, C., Dillet, J., Michot, L. & André, S. (2012). *Journal of Polymer Science Part B : Polymer Physics* 50, 328–337.
- [Boisot et al., 2011] Boisot, G., Laiarinandrasana, L., Besson, J., Fond, C. & Hochstetter, G. (2011). *International Journal of Solids and Structures* 48, 2642 – 2654.
- [Bridgman, 1944] Bridgman, P. (1944). *Transactions of the ASM* 32, 553–574.
- [Brusselle-Dupend et al., 2011] Brusselle-Dupend, N., Rosenberg, E. & Adrien, J. (2011). *Materials Science and Engineering* 530, 36 – 50.
- [Choi et al., 2013] Choi, B.-H., Kim, I., Zhao, Y., Lee, J. M. & Chudnovsky, A. (2013). In 13th International Conference on Fracture June 16–21, 2013, Beijing, China.

- [Devilliers, 2011] Devilliers, C. (2011). Dégradation chimique du PE et influence sur le comportement, l'endommagement et la rupture en fluage : Application à la durabilité d'une canalisation sous pression. PhD thesis, École nationale supérieure des mines de Paris.
- [Farge et al., 2013] Farge, L., Andre, S., Pawlak, A., Baravian, C., Irvine, S. & Philippe, A.-M. (2013). *Journal of Polymer Science Part B : Polymer Physics* .
- [G'Sell & Haudin, 1994] G'Sell, C. & Haudin, J. (1994). Mécanismes microscopiques de déformation des polymères semi cristallins, In : Introduction à la mécanique des polymères. Institut national polytechnique de Lorraine.
- [G'Sell et al., 2002] G'Sell, C., Hiver, J. M. & Dahoun, A. (2002). *International Journal of Solids and Structures* 39, 3857 – 3872.
- [Kausch, 1976] Kausch, H. (1976). *Kunstst Ger Plast* 66, 538–544.
- [Kausch, 1987] Kausch, H. (1987). *Polymer fracture*. Springer-Verlag.
- [Laiarinandrasana et al., 2013] Laiarinandrasana, L., Morgeneyer, T. F., Proudhon, H. & Helphen, L. (2013). In 13th International Conference on Fracture June 16–21, 2013, Beijing, China.
- [Laiarinandrasana et al., 2012] Laiarinandrasana, L., Morgeneyer, T. F., Proudhon, H., N'guyen, F. & Maire, E. (2012). *Macromolecules* 45, 4658–4668.
- [Laiarinandrasana et al., 2010] Laiarinandrasana, L., Morgeneyer, T. F., Proudhon, H. & Regrain, C. (2010). *Journal of Polymer Science Part B : Polymer Physics* 48, 1516–1525.
- [Le Saux et al., 2011] Le Saux, V., Marco, Y., Calloch, S. & Charrier, P. (2011). *Polymer Engineering and Science* 51, 1253–1263.
- [Moonan & Tschoegl, 1985] Moonan, W. K. & Tschoegl, N. W. (1985). *Journal of polymer science part b-polymer physics* 23, 623–651.
- [Plummer et al., 2000] Plummer, C. J. G., Scaramuzzino, P., Kausch, H.-H. & Philippoz, J.-M. (2000). *Polymer Engineering and Science* 40, 1306–1317.
- [Rosenberg et al., 2011] Rosenberg, E., Brusselle-Dupend, N. & Epsztei, T. (2011). *Materials Science and Engineering : A* 528, 6535 – 6544.
- [Sternstein & Myers, 1973] Sternstein, S. S. & Myers, F. A. (1973). *Journal of Macromolecular Science, Part B* 8, 539–571.

Chapitre IV

Modélisation numérique

Sommaire

Introduction	126
A Le modèle de Gurson-Tvergaard-Needleman(GTN)	126
B Optimisation des paramètres du modèle GTN	134
B.I Optimisation des paramètres de «comportement».	134
B.I.1 Résultats à 20°C	134
B.I.2 Résultats à 60°C et 85°C	139
B.I.3 Bilan de l'identification de la viscosité aux différentes températures	144
B.II Optimisation des paramètres d'endommagement	144
B.II.1 Identification du paramètre q_2 par la distribution spatiale de la porosité	144
B.II.2 Identification du paramètre q_1 par simulation de l'essai in-situ en laminographie synchrotron sur éprouvette CT	152
B.III Récapitulatif des paramètres du modèle GTN	168
Bibliographie	172

Introduction

La modélisation du comportement du matériau s'appuie sur une base expérimentale constituée de résultats obtenus à différentes échelles. Tout d'abord à l'échelle globale macroscopique, les courbes des essais de traction monotones conduits à différentes vitesses et températures sur des éprouvettes tubulaires lisses et entaillées traduisent le comportement uniaxial et multiaxial du matériau. Ensuite à l'échelle locale microscopique, les profils de taux de porosité construits en s'appuyant sur des observations menées en tomographie synchrotron traduisent l'évolution de l'endommagement du matériau au cours du chargement. Par ailleurs, la base expérimentale comprend une observation en laminographie synchrotron, effectuée dans la zone blanchie d'une éprouvette de type CT «Compact Tension», qui fournit des informations précises quand aux mécanismes de rupture du PolyOxyMéthylène.

Il s'agit désormais de s'appuyer sur ces résultats afin d'identifier les coefficients d'un modèle de comportement capable de répondre aux objectifs attendus en termes de résultats de simulation numérique, notamment celui qui est de prévoir en tout point de la structure l'évolution du taux de porosité en cours de chargement.

Ainsi la première partie de ce chapitre présente le fonctionnement du modèle de comportement utilisé, à savoir celui de Gurson-Tvergaard-Needleman (GTN), tout en rappelant succinctement les différents modèles d'endommagement existants.

La deuxième partie est consacrée à l'identification des paramètres du modèle, paragraphe au cours duquel on s'attache notamment à décrire la stratégie d'optimisation employée.

A Le modèle de Gurson-Tvergaard-Needleman(GTN)

Afin de modéliser l'endommagement ductile par cavitation du POM on fait appel à une forme modifiée du modèle micromécanique développé par Gurson [Gurson, 1977]. A l'origine, Gurson conçoit un modèle dans le but de décrire la croissance d'une cavité sphérique dans une matrice rigide parfaitement plastique obéissant au critère de plasticité de Von Mises. On peut voir sur la figure IV.1 la structure considérée, sachant qu'un taux de déformation est uniformément réparti sur le bord extérieur de la sphère creuse.

Notons qu'en élaborant son modèle, Gurson s'inspire de la stratégie employée par Mc Clintock [McClintock, 1968] ainsi que par Rice & Tracey [Rice and Tracey, 1969], tous deux ayant analysé la croissance d'une cavité unique au sein d'une matrice infini rigide parfaitement plastique. Le modèle de Gurson est le premier modèle d'endommagement ductile couplant le comportement et l'endommagement, à la différence de ceux de Mc Clintock et de Rice & Tracey, ou bien encore de celui de Drucker-Prager [Ghorbel, 2008], qui utilisent une approche découplée ou l'adoucissement progressif du matériau dû à la croissance des cavités n'est pas pris en

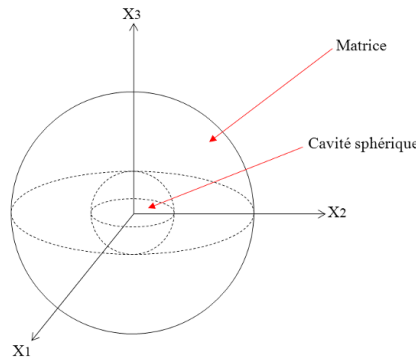


FIGURE IV.1 – Modèle de la sphère creuse considéré par Gurson [Gurson, 1977].

compte. Bourgeon [Bourgeon, 2009] illustre simplement ce propos en prenant comme exemple le cas d’une éprouvette axisymétrique lisse subissant un essai de traction uniaxiale. La courbe de traction schématisée tracée dans le graphe de la figure IV.2 montre ainsi clairement qu’un modèle sans couplage entre l’endommagement et la plasticité ne prend pas en compte l’altération progressive des propriétés mécaniques due à la cavitation au sein du matériau. Ainsi l’exemple précédent montre clairement la nécessité de considérer dans notre cas, un modèle couplé, dont le potentiel plastique s’exprime en fonction du taux de porosité f , variable interne du modèle.

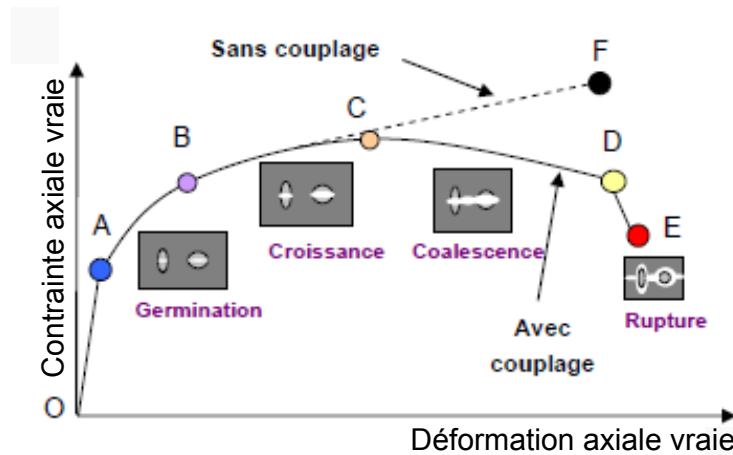


FIGURE IV.2 – Réponse schématisée d’une éprouvette cylindrique lisse sollicitée en traction monotone uniaxiale ([Mariage, 2003] tiré de [Bourgeon, 2009]).

D’autres modèles couplés peuvent être cités tels que ceux de Lemaître [Lemaître, 1985] et de Rousselier [Rousselier, 1987] tous deux issus d’une approche thermodynamique. Concernant le modèle de Lemaître, seul le potentiel élastique est couplé avec la variable d’endommagement et si celui-ci produit de bons résultats sur des applications visant à prévoir l’avancée d’une fissure, il n’est par ailleurs pas en mesure de décrire certains mécanismes physiques tel que la coalescence. Le modèle de Rousselier quant à lui est couplé au niveau de la plasticité et de sa surface de charge. Il a souvent fait l’objet d’une comparaison avec celle du modèle GTN

(Gurson Tvergaard Needleman) dont la présentation est faite au cours de ce paragraphe. Tanguy [Tanguy, 2001], après avoir mené une étude de comparaison approfondie entre les deux modèles conclut en notant qu'ils se différencient essentiellement à des taux de triaxialité des contraintes élevés, le modèle de Rousselier conservant toujours une composante de cisaillement même dans le cas d'un chargement hydrostatique pur.

Ainsi les modèles couplés cités précédemment sont basés sur la modélisation au cours du chargement de la croissance des cavités au sein du matériau. Rappelons qu'une autre classe de modèles de comportement, que sont les modèles de zones cohésives [Estevez et al., 2000 & 2005], tiennent également compte de l'endommagement créé en cours de déformation en modélisant le processus de crazing, analysé finement par Kausch [Kausch, 1976] et discuté au cours du §A.II.1 du deuxième chapitre. Soulignons que l'inconvénient des modèles de zones cohésives est de considérer une direction de propagation de fissure prédéfinie à l'avance, une bifurcation ne pouvant de ce fait pas être prédite.

Dans le cadre de ce projet, le choix se porte sur le modèle GTN, celui-ci ayant été éprouvé lors de précédentes études telles que celles menées par Lafarge et Boisot, auteurs ayant modélisé avec succès les micro-mécanismes d'endommagement et le comportement élasto-visco-plastique du PVDF [Lafarge, 2004] ainsi que du PA11 [Boisot et al., 2011]. Zaïri et al. [Zaïri et al., 2005 & 2008] ont également modélisé les mécanismes de déformation et d'endommagement du RT-PMMA et du HIPS en utilisant ce modèle. Plus spécifiquement, Cayzac [Cayzac et al., 2013] a modélisé le comportement endommageant du PA6 en utilisant le modèle multi-mécanismes proposé par Saï [Saï, 2011] couplé au modèle GTN. L'auteur parvient ainsi à distinguer le comportement de la phase amorphe de celui de la phase cristalline, notamment en introduisant dans les équations constitutives le taux de cristallinité.

Ainsi Gurson aboutit à l'expression approchée du critère de plasticité macroscopique (IV.1).

$$\Phi(\underline{\sigma}, f, \sigma_0) = \frac{\sigma_{eq}^2}{\sigma_0^2} + 2f \cosh\left(\frac{\sigma_{kk}}{2\sigma_0}\right) - (1 + f^2) = 0 \quad (IV.1)$$

Avec :

$\underline{\sigma}$: Tenseur des contraintes macroscopiques (matrice + porosités)

$\sigma_{eq} = \sqrt{\frac{3}{2} \underline{\sigma}^d : \underline{\sigma}^d}$: Contrainte macroscopique équivalente de Von Mises

$\sigma_m = tr(\underline{\sigma})/3 = \sigma_{kk}/3$: Contrainte hydrostatique (contrainte moyenne)

σ_0 : Limite d'élasticité de la matrice (du matériau)

f : Fraction volumique de vide ou taux de porosité

Notons que ce modèle est adapté au comportement des matériaux poreux ductiles tels que le POM étudié au cours de cette thèse. En effet celui-ci permet notamment de rendre compte de la croissance des porosités présent initialement au sein du matériau en fonction de la défor-

mation plastique. Il convient en effet de rappeler que la fraction volumique de porosité s'exprime par l'expression suivante :

$$f = \frac{\omega}{\Omega} \quad (\text{IV.2})$$

avec ω le volume occupé par les porosités et Ω le volume total c'est à dire de la matrice plus celui des porosités. En dérivant f on obtient :

$$\dot{f} = \frac{\dot{\omega}\Omega - \omega\dot{\Omega}}{\Omega^2} \quad (\text{IV.3})$$

En s'appuyant sur l'hypothèse que la matrice est incompressible, soit $\dot{\omega} = \dot{\Omega}$, on trouve :

$$\dot{f} = \frac{\dot{\Omega}\Omega - \omega\dot{\Omega}}{\Omega^2} = \frac{\dot{\Omega}}{\Omega} \left(1 - \frac{\omega}{\Omega}\right) = \frac{\dot{\Omega}}{\Omega} (1 - f) \quad (\text{IV.4})$$

On sait par ailleurs que $\varepsilon_{kk}^{\dot{p}} = \dot{\Omega}/\Omega$. Ainsi en appliquant le principe de la conservation de la masse on obtient :

$$\dot{f} = \varepsilon_{kk}^{\dot{p}} (1 - f) \quad (\text{IV.5})$$

Par ailleurs, l'intégration de l'expression (IV.5) donne :

$$f = 1 - (1 - f_0) \cdot \exp \left(-\varepsilon_{kk}^{\dot{p}} \right) \quad (\text{IV.6})$$

Avec f_0 le taux de porosité initial du matériau. Ainsi l'équation (IV.6) montre que l'évolution de la porosité est pilotée par l'incrément de déformation plastique.

Notons par ailleurs que ce modèle est modifié en 1982 par Tvergaard [Tvergaard, 1982a] afin que celui-ci puisse prendre en compte une matrice écrouissable. La limite d'élasticité σ_0 est alors remplacée par une contrainte d'écoulement σ_y fonction d'une variable d'écrouissage isotrope p , soit :

$$\sigma_y = f(p) \quad (\text{IV.7})$$

Notons qu'il y a par ailleurs égalité entre la puissance plastique macroscopique du matériau réel $\underline{\underline{\varepsilon}}^{\dot{p}} : \underline{\underline{\sigma}}$ et la puissance plastique microscopique du matériau fictif $(1 - f)\dot{p}\sigma_y$, $(1 - f)$ représentant la fraction de matière. L'expression IV.8 permet donc de calculer l'évolution de la déformation plastique effective p .

$$(1 - f)\dot{p}\sigma_y = \underline{\underline{\varepsilon}}^{\dot{p}} : \underline{\underline{\sigma}} \quad (\text{IV.8})$$

Notons d'autre part que \dot{p} correspond à la vitesse de déformation plastique équivalente au sens de Von Mises soit :

$$\dot{p} = \sqrt{\frac{2}{3} \dot{\underline{\underline{\epsilon}}}^p : \dot{\underline{\underline{\epsilon}}}^p} \quad (\text{IV.9})$$

Tvergaard ([Tvergaard, 1981] ; [Tvergaard, 1982b]) propose également une modification du critère de plasticité de Gurson (IV.1) afin de prendre en compte l'interaction possible entre les cavités. Pour y parvenir, deux paramètres q_1 et q_2 sont injectés dans le critère tel que :

$$\Phi(\underline{\underline{\sigma}}, f, \sigma_y) = \frac{\sigma_{eq}^2}{\sigma_y^2} + 2f q_1 \cosh\left(\frac{q_2 \sigma_{kk}}{2\sigma_y}\right) - (1 + q_1^2 f^2) = 0 \quad (\text{IV.10})$$

Notons que le paramètre d'endommagement q_2 est placé devant la pression hydrostatique ce qui implique que celui-ci influence l'évolution de l'endommagement en modérant ou renforçant le taux de triaxialité des contraintes. Par ailleurs le paramètre q_1 pilote le critère de rupture du modèle. En effet lors de la rupture du matériau le tenseur des contraintes $\underline{\underline{\sigma}}$ est nul et dans ce cas le critère de plasticité se résume à :

$$\Phi(\underline{\underline{\sigma}} = \underline{\underline{0}}, f, \sigma_y) = 2f_u q_1 - 1 - (q_1 f_u)^2 = (q_1 f_u - 1)^2 = 0 \implies f_u = \frac{1}{q_1} \quad (\text{IV.11})$$

Avec f_u le taux de porosité à la rupture. A noter que le paramètre q_1 corrige la surestimation des déformations à la rupture du critère initial de Gurson (IV.1) qui on le rappelle ne prévoit la rupture que lorsque le taux de porosité atteint 100%.

L'évolution du modèle se poursuit en 1984 lorsque Tvergaard et Needleman [Tvergaard and Needleman, propose, dans le cas des métaux, de remplacer le taux de porosité réel du matériau f par une fonction bilinéaire $f^*(f)$ afin de prendre en compte les micromécanismes de coalescence des cavités intervenant lorsque le taux de porosité atteint une certaine valeur critique. Rappelons que durant cette phase on assiste expérimentalement à une accélération de la croissance des cavités (cf. schéma de la figure IV.12). Ainsi afin de reproduire ce phénomène les auteurs attribuent à la fonction bilinéaire $f^*(f)$ la forme suivante :

$$f^*(f) = \begin{cases} f & \text{si } f < f_c \\ f_c + \delta(f - f_c) & \text{si } f \geq f_c \end{cases} \quad (\text{IV.12})$$

$$\text{Avec : } \begin{cases} \delta = \frac{f_u^* - f_c}{f_u - f_c} > 1 \\ f_u^* \text{ taux de porosité à la rupture effectif, sachant que : } f_u^* = 1/q_1 \\ f_u \text{ taux de porosité à la rupture} \end{cases} \quad (\text{IV.13})$$

Suite à cette nouvelle évolution le critère de plasticité devient :

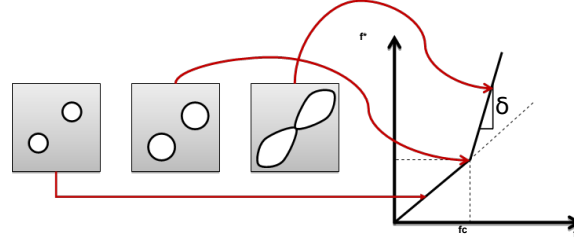


FIGURE IV.3 – Fonction bilinéaire f^* [Tanguy, 2001].

$$\Phi(\underline{\sigma}, f^*, \sigma_y) = \frac{\sigma_{eq}^2}{\sigma_y^2} + 2f_*q_1 \cosh\left(\frac{q_2\sigma_{kk}}{2\sigma_y}\right) - (1 + q_1^2 f^{*2}) = 0 \quad (\text{IV.14})$$

Mentionnons le fait qu'au cours de cette étude on fait le choix de ne pas modéliser le phénomène de coalescence des cavités ce qui implique que δ est constant et vaut un dans les différents calculs présentés au cours de ce chapitre. Ainsi l'expression IV.14 correspond au critère de plasticité bien connu sous le nom de modèle de Gurson-Tvergaard-Needleman(GTN). Le modèle est implémenté en «grandes déformations» dans le code de calcul par éléments finis ZéBuLoN, code employé au cours de cette étude. Précisons néanmoins que la version du modèle GTN implémentée dans le code tient compte d'une reformulation du critère proposée par Besson, Steglich ainsi que Brocks [Besson et al., 2001] dans le but de faciliter la comparaison de ce modèle avec d'autres modèles couplés, notamment ceux de Green ([Green, 1972], [Shima and Oyane, 1976], [Abouaf et al., 1988], [Besson and Abouaf, 1992]), Rousselier [Rousselier, 1987], ou bien encore celui de Cam-clay modifié ([Schofield and Wroth, 1968], [Favrot et al., 1999]). Ainsi Besson et al. proposent d'écrire de façon identique le critère de plasticité de l'ensemble des modèles que l'on souhaite comparer en définissant une contrainte scalaire effective σ_* qui tient compte de la pression hydrostatique. L'écriture qu'ils proposent est la suivante :

$$\Phi(\underline{\sigma}, f, \sigma_y) = \sigma_* - \sigma_y = 0 \quad (\text{IV.15})$$

Par conséquent en adoptant cette forme, tous les modèles comparés peuvent être traités de façon identique et l'extension à la viscoplasticité est immédiate. La surface d'écoulement du modèle GTN devient alors :

$$\Phi_*(\underline{\sigma}, f_*, \sigma_*) = \frac{\sigma_{eq}^2}{\sigma_*^2} + 2f_*q_1 \cosh\left(\frac{q_2\sigma_{kk}}{2\sigma_*}\right) - (1 + q_1^2 f_*^2) \quad (\text{IV.16})$$

Finalement la règle de normalité permet d'obtenir l'expression du tenseur des vitesses de déformation viscoplastique :

$$\underline{\underline{\dot{\epsilon}}}^{vp} = (1 - f)\dot{p}\frac{\partial\Phi}{\partial\underline{\underline{\sigma}}} = (1 - f)\dot{p}\frac{\partial\sigma_*}{\partial\underline{\underline{\sigma}}} \quad (\text{IV.17})$$

Le multiplicateur viscoplastique $\dot{\lambda}$ est alors définie grâce à une loi de Norton (IV.18) afin de rendre le modèle sensible à la vitesse de sollicitation.

$$\dot{p} = \left(\frac{\Phi}{K} \right)^n \quad (\text{IV.18})$$

Avec :

n : Exposant de viscosité du matériau

K : Coefficient de résistance

Rappelons que l'on associe au critère de plasticité une loi d'écrouissage isotrope $R(p)$ tel que :

$$\Phi(\underline{\sigma}, f, \sigma_y) = \sigma_* - R(p) = 0 \quad (\text{IV.19})$$

La forme de la loi d'écrouissage utilisée étant celle de Lemaître & Chaboche [Lemaître and Chaboche, 20] soit :

$$R(p) = R_0 + Q(1 - \exp(-bp)) \quad (\text{IV.20})$$

Avec :

R_0 : Seuil d'écoulement viscoplastique

Q : Paramètre pilotant l'augmentation de la contrainte visqueuse avec la vitesse de sollicitation

b : Paramètre pilotant la vitesse de saturation de la contrainte visqueuse

Finalement, la loi d'écrouissage (IV.20) n'est pas suffisante pour décrire le comportement des polymères semi-cristallins dans le domaine des grandes déformations. En effet celle-ci ne prend pas en compte le phénomène de rhéodurcissement dû à la mise en tension progressive des chaînes liants de la phase amorphe qui accroît de façon très significative la résistance du matériau. Ainsi une façon de prendre en compte ce rhéodurcissement est d'injecter, de manière phénoménologique, un deuxième terme dans l'expression (IV.20) qui va décrire cette augmentation de la contrainte avec la déformation viscoplastique. On aboutit à l'expression suivante :

$$R(p) = R_0 + Q(1 - \exp(-bp)) + A(\exp(Bp) - 1) \quad (\text{IV.21})$$

Ainsi comme indiqué dans le tableau IV.1 le modèle GTN utilisé présente dans notre cas 9 paramètres dits de «comportement» et 2 paramètres régissant l'évolution de l'endommagement au sein du matériau.

Concernant le paramètre q_2 , rappelons que Lafarge [Lafarge, 2004] avait choisi de considérer le paramètre comme une fonction décroissante de la déformation plastique principale p_1 dont l'expression à 20°C est la suivante :

Comportement									Endommagement	
E	ν	R_0	Q	b	A	B	K	n	q_1	q_2
[MPa]	[-]	[MPa]	[MPa]	[-]	[MPa]	[-]	[MPa.s]	[-]	[-]	[-]

TABLE IV.1 – Tableau récapitulatif des paramètres de «comportement» et d'endommagement du modèle GTN.

$$\begin{cases} q_2 = 1.55 \text{ pour } p_1 < 0.2 \\ q_2 = (1 + \exp(-3p_1)) \text{ pour } p_1 > 0.2 \end{cases} \quad (\text{IV.22})$$

Cette fonction avait été proposée suite au constat que les cavités s'ovalisent et s'orientent dans le sens de sollicitation sous l'effet de l'augmentation du niveau de déformation. On assiste alors à un ralentissement de la croissance des cavités à mesure que celles-ci s'ovalisent. Ainsi la fonction IV.22 permet de rendre compte de ce ralentissement, et donc indirectement de l'anisotropie de forme des cavités au cours du chargement, en imposant une diminution progressive du paramètre q_2 au delà d'une certaine valeur de déformation plastique principale. Notons que l'objectif de l'élaboration de cette fonction était également de minimiser la chute de charge engendrée par la valeur initiale importante de q_2 . Zaïri et al [Zaïri et al., 2011] prennent quant à eux directement en compte l'anisotropie de l'endommagement en proposant un modèle décrivant la croissance de cavités dont la géométrie initiale est celle d'une ellipsoïde. Boisot [Boisot, 2009] s'était inspiré de la stratégie élaborée par Lafarge [Lafarge, 2004] afin de faire évoluer la fonction associée au paramètre q_2 . L'expression qu'il proposa fût alors construite en imposant au paramètre q_2 une borne supérieure initiale, notée M et une borne inférieure finale m. Ainsi pour une valeur de p_1 égale à p_t (paramètre à déterminer), q_2 chute d'une valeur M à une valeur m. L'expression du paramètre q_2 devient alors :

$$q_2 = (M - m) \left(\frac{\tanh(\nu(p_t - p_1)) + 1}{2} \right) + m \quad (\text{IV.23})$$

avec M et m les valeurs initiales et finales de q_2 , p_t la valeur de la déformation plastique principale maximale de transition et ν la vitesse de transition. On verra au cours de ce chapitre que l'on fait le choix de ne pas suivre cette stratégie en considérant une valeur constante pour le paramètre q_2 tout au long du chargement.

B Optimisation des paramètres du modèle GTN

B.I Optimisation des paramètres de «comportement»

B.I.1 Résultats à 20°C

B.I.1.1 Identification préliminaire par méthode «directe»

Cette première phase d'identification repose sur l'exploitation des résultats des essais de traction conduits sur éprouvettes lisses. Celle-ci vise à «initialiser» les paramètres liés à la partie élastoplastique du modèle GTN à savoir le module de Young E , le seuil de plasticité R_0 , ainsi que les deux paramètres de la loi d'écrouissage isotrope Q et b . A noter que le coefficient de Poisson est mesuré expérimentalement et vaut 0,38. Ainsi les essais de traction uniaxiaux sont tout d'abord simulés par éléments finis en ramenant la géométrie tubulaire de la zone utile des éprouvettes lisses à un seul élément de volume 2D axisymétrique de taille unitaire, comme indiqué sur la figure IV.4(a). A noter que l'on impose sur la face supérieure de l'élément un déplacement égal à la déformation axiale nominale mesurée expérimentalement puisque $\varepsilon_{11}(t) = U_1(t)/l_0$ et que l_0 vaut 1.

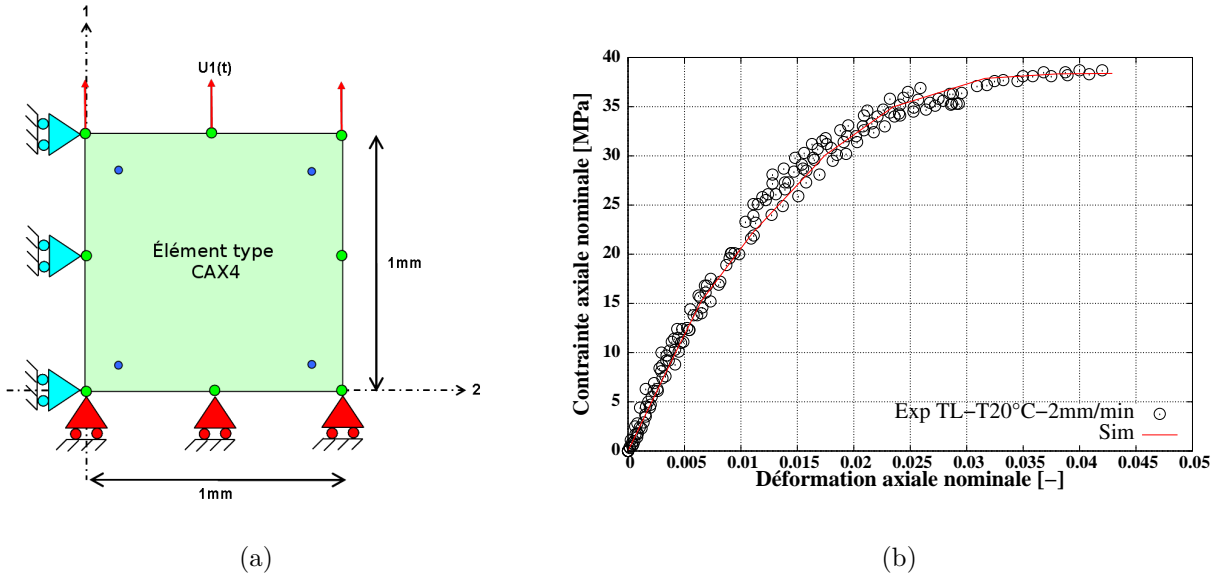


FIGURE IV.4 – (a) : Mise en évidence des conditions limites considérées sur l'élément de volume axisymétrique quadratique.; (b) : Courbes expérimentales et simulée de traction contrainte-déformation axiale nominale obtenues sur les éprouvettes lisses.

On entreprend ensuite d'optimiser les paramètres cités précédemment en utilisant un algorithme de type Levenberg Marquardt permettant de minimiser l'écart entre la réponse expérimentale et numérique, la réponse étant la contrainte axiale nominale. Précisons que pour

E [MPa]	ν [-]	R_0 [MPa]	Q [MPa]	b [-]
2386	0.38	15	24	211

TABLE IV.2 – Tableau récapitulatif des paramètres élastoplastiques initiaux du modèle GTN.

effectuer cette optimisation on fait appel au module d’optimisation intégré au logiciel ZéBuLoN. Au cours de cette première phase d’optimisation l’endommagement est négligé en considérant un taux de porosité initial nul. On fait ainsi l’hypothèse que la croissance des cavités initialement présentes au sein du matériau est négligeable en deçà du niveau de déformation atteint au cours des essais de traction sur éprouvettes lisses c’est à dire environ 4%. Notons finalement que durant cette optimisation on choisit de simuler l’ensemble des essais réalisés afin d’obtenir un jeu de coefficient moyen. On peut voir dans le tableau IV.2 ainsi que sur la figure IV.4(b), les paramètres identifiés ainsi que les courbes expérimentales et simulées tracées dans le même graphe.

En comparaison, on rappelle que le module de Young mesuré à partir des résultats des essais de nano-indentation instrumentés (cf. §D du chapitre 1) est compris entre 2,5 GPa (couche de peau) et 3,1 GPa (couche de cœur). Ainsi la valeur du module de Young identifiée d’environ 2,4 GPa est proche de la valeur mesurée par nano-indentation dans la couche de peau.

B.I.1.2 Identification par méthode «inverse»

L’optimisation des paramètres du modèle GTN se poursuit en utilisant une méthode dite «inverse» c’est à dire s’appuyant sur des éprouvettes de type «structure» et non plus «élément de volume» comme dans l’identification précédente. Rappelons qu’une éprouvette est de type «structure» lorsque les champs de déformation et de contrainte au sein de la structure sont hétérogènes. Dans ce cas l’optimisation consiste à réaliser à chaque incrément d’optimisation un calcul de structure à partir de la géométrie réelle de l’éprouvette et en considérant des conditions limites représentatives.

B.I.1.2.1 Modélisation des essais sur éprouvettes entaillées

La première étape de cette modélisation consiste à réaliser les maillages des éprouvettes entaillées TE1 et TE0,06 selon une configuration en 2D axisymétrique à partir d’éléments linéaires CAX4 (cf. figure IV.5). Notons que dans le code de calcul ZéBuLoN on préconise d’utiliser des éléments linéaires couplés à l’option «Select Int» de façon à ce que la pression hydrostatique soit maintenue stable sur l’ensemble des points de Gauss de l’élément. On évite ainsi les sauts de valeurs pouvant être importants d’un point de Gauss à l’autre à l’intérieur de l’élément en considérant des éléments quadratiques. L’une des étapes importantes de la modélisation des essais réalisés sur les éprouvettes entaillées est la représentation des conditions

limites. Ainsi on constate sur le graphe de la figure IV.6(a), montrant pour l'ensemble des essais effectués à 2 mm/min l'allure en fonction du temps de l'ouverture d'entaille superposée à celle du déplacement traverse imposé, que ces deux variables observables ne sont pas corrélées. Notons que cette désynchronisation est liée à une phase de mise en place de l'éprouvette au début des essais au cours de laquelle les jeux entre les différents éléments du dispositif de traction sont progressivement comblés. Afin d'obtenir une cinématique de chargement représentative des essais effectués il est nécessaire de prendre en compte cette phase de mise en place. Pour y parvenir, on choisit d'intercaler entre le système de mors et le chargement imposé un élément «ressort» (cf. figure IV.5) auquel on associe une loi élastique linéaire. Précisons que la partie mors composée de la tige filetée et du manchon est modélisée comme indiqué sur la figure IV.5 à savoir que la liaison est considérée comme étant parfaite avec l'éprouvette. Le domaine de maillage associé au mors est quant à lui constitué d'éléments élastiques linéaires, domaine auquel on attribue de façon arbitraire un module de Young de 300 GPa ainsi qu'un coefficient de Poisson de 0,3. Ainsi, connaissant le module de Young du POM, on parvient à contrôler la pente au début de la courbe de l'ouverture d'entaille en fonction du temps en ajustant le module de Young attribué au ressort. A noter qu'une modification du module de l'éprouvette entraîne nécessairement un réajustement du module du ressort, ceux-ci étant bien entendu interdépendants.

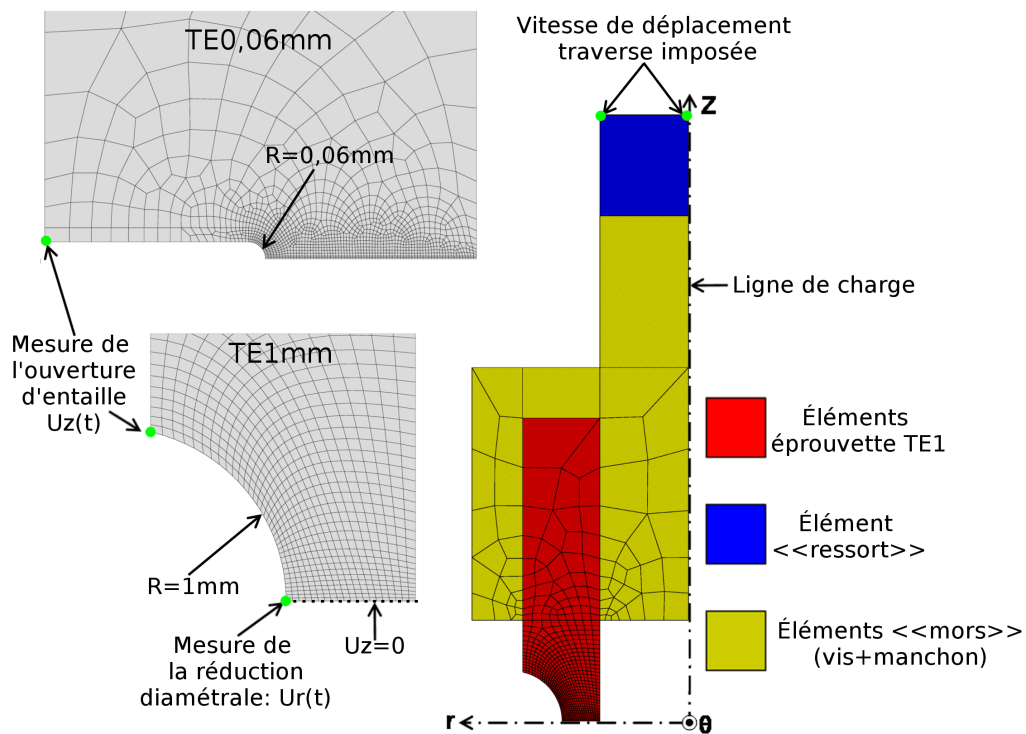


FIGURE IV.5 – Mise en évidence des maillages et des conditions limites considérées pour l'ensemble des calculs.

Ainsi on peut voir sur la figure IV.6(a) que la simulation des essais sans prise en compte de l'élément «ressort» et en considérant les coefficients du tableau IV.2 conduit en effet à une quasi-superposition du déplacement traverse imposé et de l'ouverture d'entaille en fonction du temps. L'introduction du ressort dans le système permet donc de simuler la phase de mise en place de l'éprouvette en absorbant, sous forme d'énergie de déformation élastique, une partie de l'énergie totale transmise. On constate finalement qu'une bonne corrélation de la première partie de la courbe de l'ouverture d'entaille en fonction du temps est obtenue avec un module de 550 MPa.

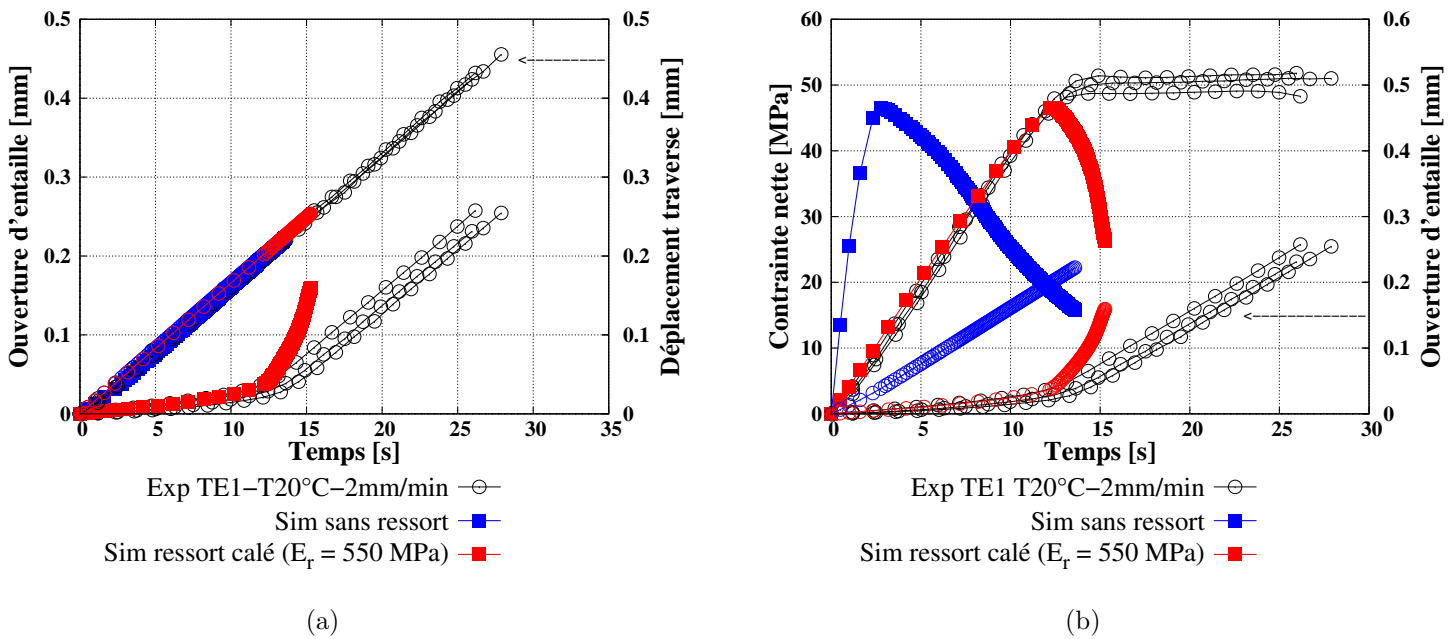


FIGURE IV.6 – (a) : Courbes expérimentales et simulées de l'ouverture d'entaille et du déplacement traverse en fonction du temps sur l'éprouvette TE1 à 2 mm/min et à 20°C : Mise en évidence de l'influence de l'élément «ressort»; (b) : Courbes expérimentales et simulées de l'ouverture d'entaille et de la contrainte nette en fonction du temps sur l'éprouvette TE1 à 2 mm/min et à 20°C : Mise en évidence de l'influence de l'élément «ressort».

Concernant la deuxième partie de la courbe de l'ouverture d'entaille en fonction du temps on remarque que la vitesse d'ouverture à partir du point d'inflexion est trop élevée au calcul et que par ailleurs celle-ci n'est pas constante contrairement aux courbes expérimentales. On précise que cette inflexion intervient au moment où la contrainte nette atteint sa valeur maximale comme on peut le voir sur la figure IV.6(b). Ainsi on voit que la vitesse d'ouverture d'entaille à partir de cette instant est pilotée par l'évolution de la contrainte nette. La vitesse d'ouverture expérimentale est donc constante étant donné l'existence du plateau caractéristique sur lequel la contrainte nette est elle aussi constante. Ainsi à ce stade de l'optimisation ce plateau n'existe pas encore (phénomène de rhéodurcissement non pris en compte) et on assiste à l'effondrement

de la contrainte nette qui engendre la surestimation et la non-linéarité de la vitesse d'ouverture d'entaille. Notons finalement que les paramètres élastoplastiques du tableau IV.2 prévoient un niveau de contrainte nette maximale plus faible que l'expérience. On constate par la suite que le coefficient Q est réajusté afin d'obtenir le meilleur compromis possible sur le niveau de la contrainte nette maximale obtenu sur les deux types d'éprouvettes TE1 et TE0,06.

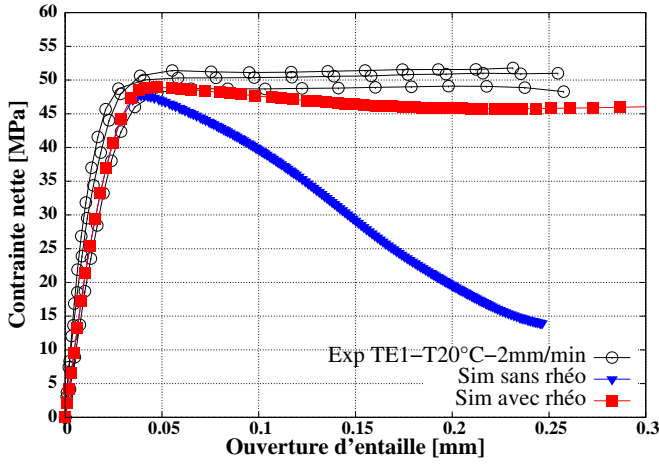
B.I.1.2.2 Identification des paramètres de rhéodurcissement A et B

Ainsi la deuxième étape consiste à identifier les paramètres A et B du modèle qui permettent de prendre en compte le phénomène de rhéodurcissement du matériau. On peut ainsi voir sur les graphes des figures IV.7(a) et IV.7(b) les courbes simulées et expérimentales de la contrainte nette en fonction de l'ouverture d'entaille pour les deux types d'éprouvette entaillées, les courbes en bleu correspondant à la simulation des essais sans prise en compte du rhéodurcissement. Notons qu'un bon compromis est obtenu en considérant respectivement $A=11,5$ MPa et $B=1,8$. Le paramètre Q est quand à lui rehaussé de 24 MPa à 25 MPa de façon à être plus représentatif du point de vue de la contrainte nette maximale. A noter à ce propos que le critère d'identification du paramètre Q s'appuie sur la fourchette basse constatée sur les essais conduits sur les éprouvettes TE1 c'est à dire environ 48 MPa. On constate en effet que l'écart entre les deux types d'éprouvettes sur la contrainte nette maximale est surestimé par rapport à l'expérience où l'on peut voir que cet écart est quasiment nul. A noter que pour l'éprouvette TE0,06 le calcul prévoit à juste titre une contrainte nette maximale à saturation supérieure à celle obtenue sur l'éprouvette TE1 à cause de l'augmentation du taux de triaxialité des contraintes. Comme déjà mentionné dans le §B.III.4 du chapitre 2, ce phénomène n'est pas constaté sur les essais expérimentaux, probablement dû au fait que l'endommagement plus important sur la TE0,06 produit un adoucissement plus élevé de la contrainte nette. L'augmentation de la contrainte nette maximale à saturation avec la diminution du rayon d'entaille est ainsi compensée en grande partie par cet adoucissement plus marqué.

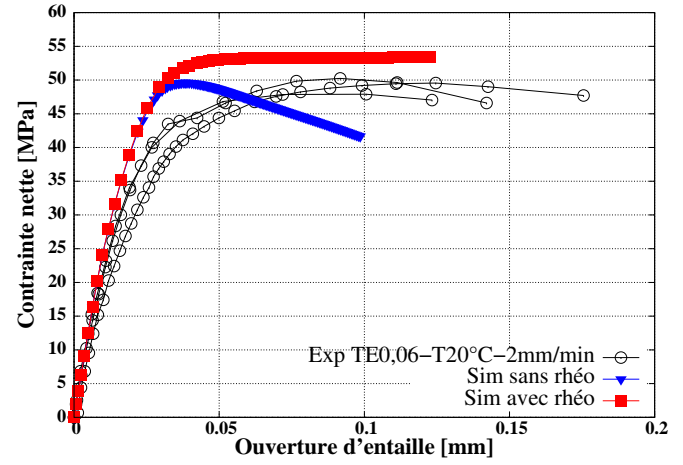
On constate par ailleurs sur le graphe de la figure IV.8(a) que la réduction diamétrale est fortement surestimée au calcul, que ce soit avec ou sans considération du rhéodurcissement, la prise en compte de ce phénomène la faisant néanmoins fortement diminuer. On voit finalement sur le graphe de la figure IV.8(b) que la corrélation de l'évolution de la contrainte nette en fonction du temps engendre une bonne prévision de la deuxième partie de la courbe de l'ouverture d'entaille en fonction du temps.

B.I.1.2.3 Identification des paramètres de viscosité K et n

La phase d'optimisation se poursuit par l'identification des paramètres de viscosité K et n en exploitant les essais réalisés à 20°C et à différentes vitesses sur les éprouvettes TE1.



(a)



(b)

FIGURE IV.7 – (a) : Courbes expérimentales et simulées de la contrainte nette en fonction de l'ouverture d'entaille sur l'éprouvette TE1 et mise en évidence de l'influence de la prise en compte du rhéodurcissement ($A=11,5\text{MPa}$; $B=1,8$); (b) : Courbes expérimentales et simulées de la contrainte nette en fonction de l'ouverture d'entaille sur l'éprouvette TE0,06 et mise en évidence de l'influence de la prise en compte du rhéodurcissement ($A=11,5\text{MPa}$; $B=1,8$).

T [°C]	E [MPa]	ν [-]	R_0 [MPa]	Q [MPa]	b [-]	A [MPa]	B [-]	K [MPa.s]	n [-]	q_1 [-]	q_2 [-]
20	2386	0,38	15	25	211	11,5	1,8	8	2	/	/

TABLE IV.3 – Tableau récapitulatif des paramètres de «comportement» du modèle GTN identifiés sur les essais conduits à 20°C.

Ainsi, les essais conduits aux vitesses de déplacement traverse 2 mm/min, 20 mm/min et 200 mm/min sont simulés en considérant les paramètres de comportement de l'itération précédente. On constate sur le graphe de la figure IV.9 que l'accroissement de la contrainte nette maximale due à l'augmentation de la vitesse de sollicitation est bien prise en compte en prenant K égal à 8 et n égal à 2.

Le tableau IV.3 récapitule les paramètres de «comportement» du modèle GTN identifiés sur les essais conduits à la température ambiante.

B.I.2 Résultats à 60°C et 85°C

Les paramètres du modèle GTN sont identifiés aux deux autres températures explorés en suivant une démarche d'optimisation similaire à celle employée à la température ambiante. A noter que lors de nouvelle phase d'identification l'impasse est faite sur l'étape d'identification préliminaire des paramètres élastoplastiques par méthode directe, les essais sur éprouvettes lisses n'ayant été réalisés qu'à 20°C. L'optimisation des coefficients à 60°C et 85°C débute

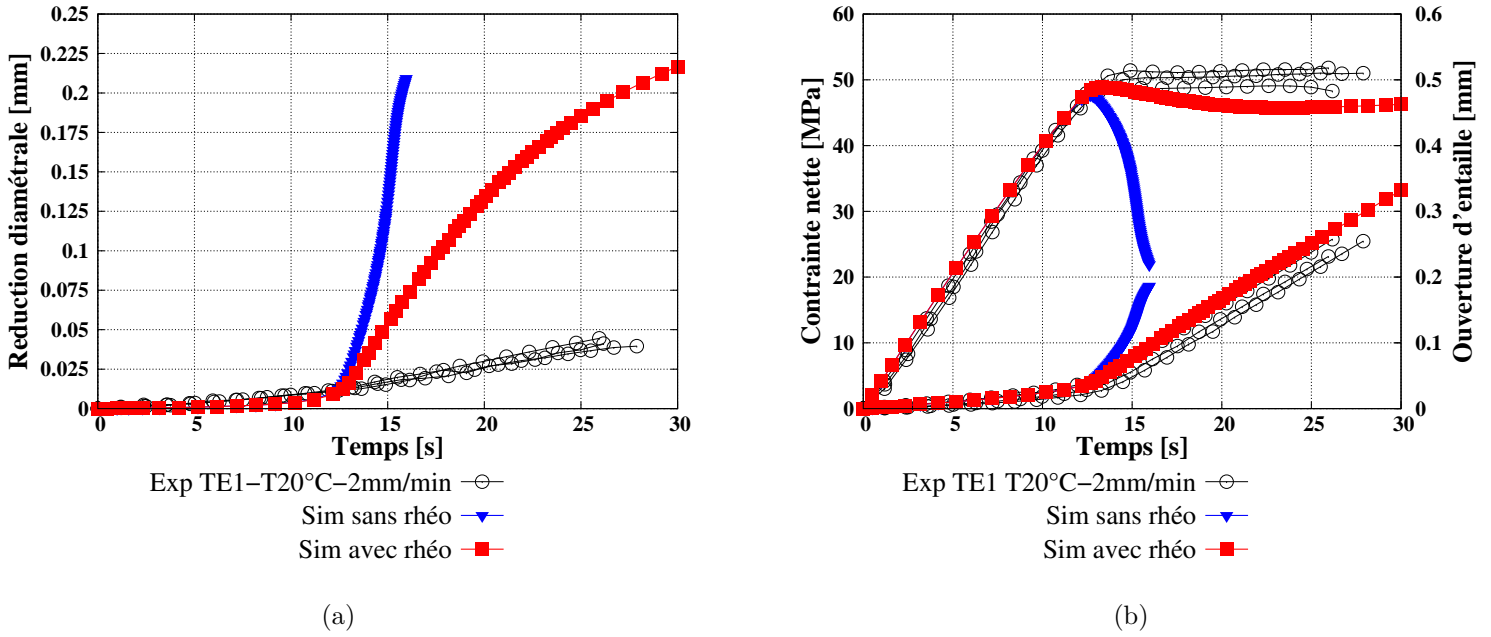


FIGURE IV.8 – (a) : Courbes expérimentales et simulées de la réduction diamétrale en fonction du temps sur l'éprouvette TE1 et mise en évidence de l'influence de la prise en compte du rhéodurcissement ($A=11,5$ MPa; $B=1,8$); (b) : Courbes expérimentales et simulées de la contrainte nette et de l'ouverture d'entaille en fonction du temps sur l'éprouvette TE1 et mise en évidence de l'influence de la prise en compte du rhéodurcissement ($A=11,5$ MPa; $B=1,8$).

ainsi par un réajustement du module de Young en s'appuyant sur les courbes contrainte nette-ouverture d'entaille obtenues à partir des essais conduits sur les éprouvettes entaillées. La démarche consiste ensuite à agir sur la limite d'élasticité R_0 ainsi que sur le paramètre Q afin d'ajuster le niveau de la contrainte nette maximale. On s'assure dans un troisième temps que les coefficients liés au rhéodurcissement A et B soient en mesure de compenser la chute de la contrainte due à la réduction diamétrale des éprouvettes. Finalement la dernière étape est de régler les paramètres de viscosité K et n en faisant en sorte que l'accroissement de la contrainte nette maximale dû à la vitesse de sollicitation soit bien prise en compte au calcul.

B.I.2.1 Paramètres matériaux à 60°C

On commence par présenter les résultats d'optimisation s'appuyant sur les essais conduits à 60°C sur les éprouvettes entaillées. On constate tout d'abord sur les graphes des figures IV.10(a) et IV.10(b) que les paramètres indiqués dans le tableau IV.4 permettent d'obtenir un bon compromis sur les allures des courbes contrainte nette-ouverture d'entaille.

Par ailleurs le graphe de la figure IV.11(a) montre que la réduction diamétrale obtenue au calcul suit une allure très différente de celle mesurée expérimentalement. Néanmoins on constate

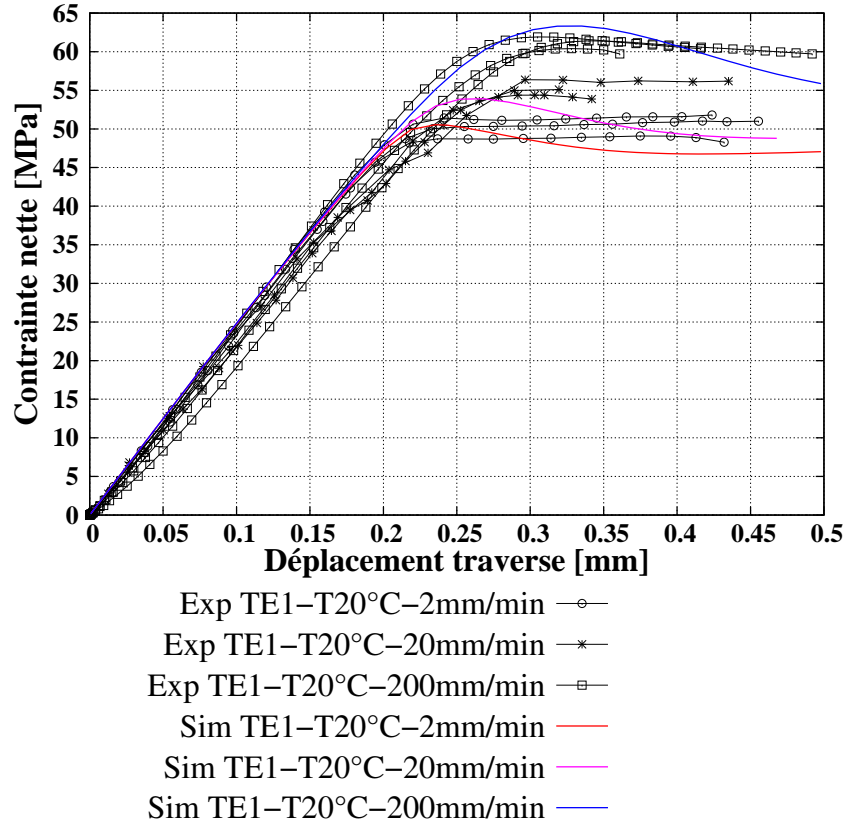


FIGURE IV.9 – Courbes expérimentales et simulées de la force en fonction du déplacement traverse correspondant aux essais effectués à 2 mm/min, 20 mm/min et 200 mm/min à 20°C sur l'éprouvette TE1 en considérant $K=8$ et $n=2$.

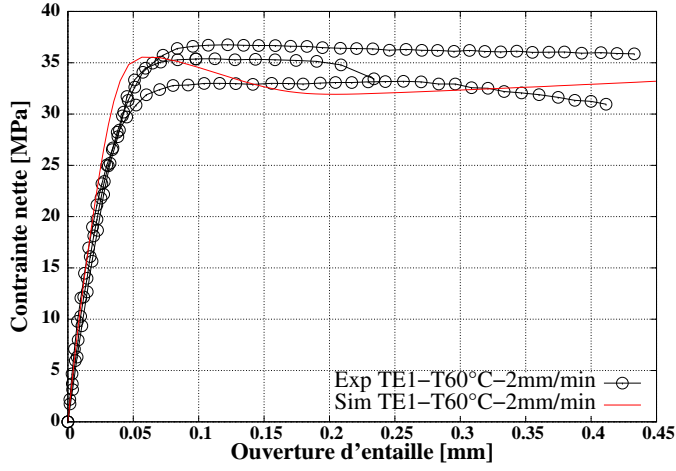
que les valeurs maximales de réduction diamétrale simulée et expérimentale sont très proches.

On constate finalement sur la figure IV.11(b) que les valeurs des paramètres K et n indiquées dans le tableau IV.4 engendrent une légère surestimation de la contrainte nette maximale à saturation pour l'essai conduit à 200 mm/min. Par ailleurs, ces coefficients sont retenus étant donné que le compromis qu'ils offrent sur l'ensemble de la courbe est jugé comme étant le meilleur.

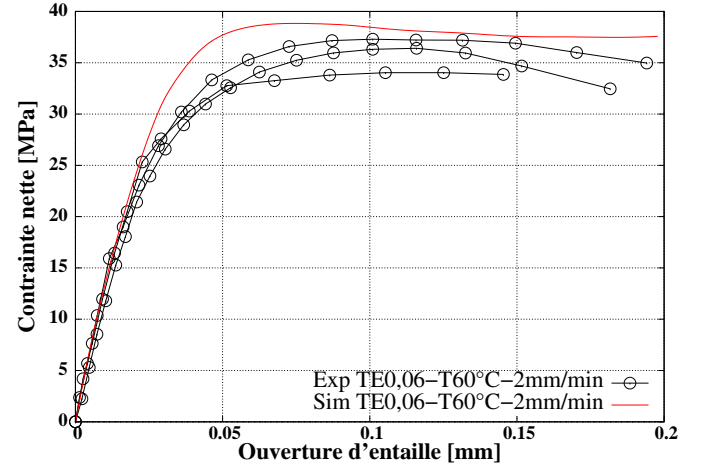
B.I.2.2 Paramètres matériaux à 85°C

T	E	ν	R_0	Q	b	A	B	K	n	q_1	q_2
[°C]	[MPa]	[-]	[MPa]	[MPa]	[-]	[MPa]	[-]	[MPa.s]	[-]	[-]	[-]
60	1300	0,38	6	25	211	11,5	1,3	8	2	/	/

TABLE IV.4 – Tableau récapitulatif des paramètres de «comportement» du modèle GTN identifiés sur les essais conduits à 60°C.

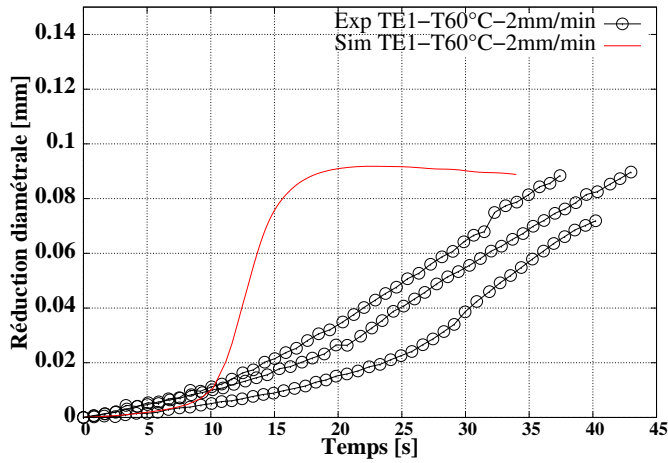


(a)

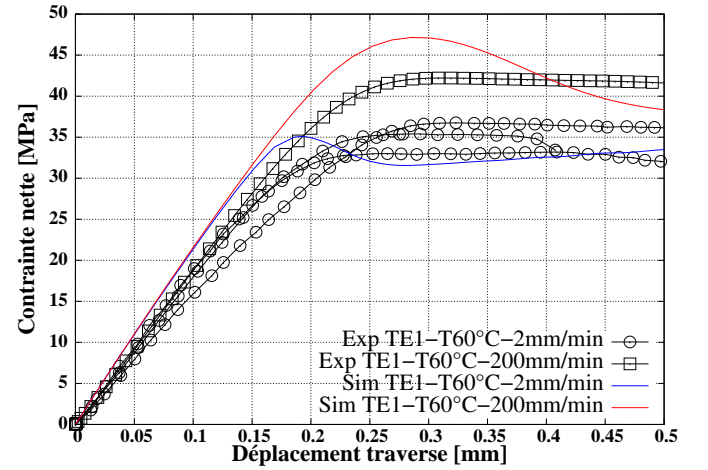


(b)

FIGURE IV.10 – (a) : Courbes expérimentales et simulées de la contrainte nette en fonction de l'ouverture d'entaille sur l'éprouvette TE1 à 2 mm/min et à 60°C ; (b) : Courbes expérimentales et simulées de la contrainte nette en fonction de l'ouverture d'entaille sur l'éprouvette TE0,06 à 2 mm/min et à 60°C.



(a)



(b)

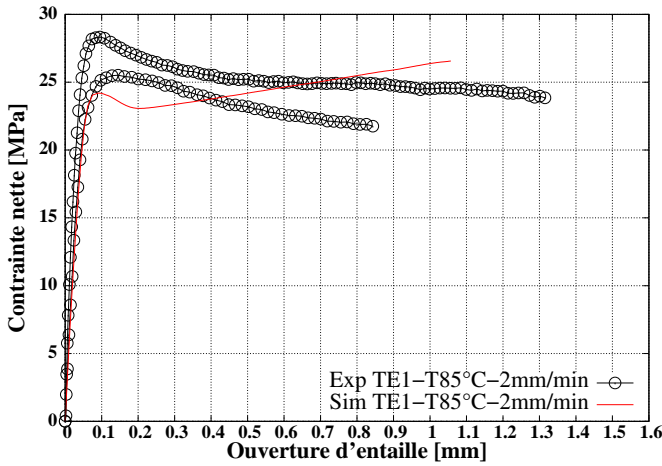
FIGURE IV.11 – (a) : Courbes expérimentales et simulées de la réduction diamétrale en fonction du temps sur l'éprouvette TE1 à 2 mm/min et à 60°C ; (b) : Courbes expérimentales et simulées de la force en fonction du déplacement traverse correspondant aux essais effectués à 2 mm/min et 200 mm/min à 60°C sur l'éprouvette TE1.

On présente maintenant les résultats d'optimisation s'appuyant sur les essais conduits à 85°C. Ainsi on constate tout d'abord sur les graphes des figures IV.12(a) et IV.12(b) que les

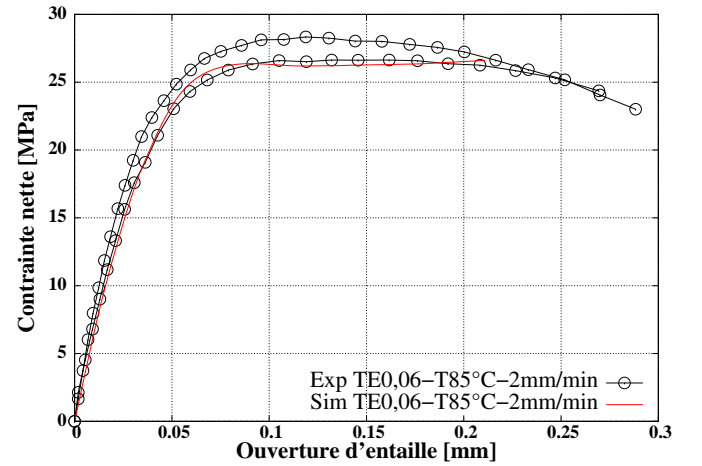
T [°C]	E [MPa]	ν [-]	R_0 [MPa]	Q [MPa]	b [-]	A [MPa]	B [-]	K [MPa.s]	n [-]	q_1 [-]	q_2 [-]
85	600	0,38	5	14	211	100	0,19	4	2	/	/

TABLE IV.5 – Tableau récapitulatif des paramètres de «comportement» du modèle GTN identifiés sur les essais conduits à 85°C.

paramètres indiqués dans le tableau IV.5 permettent d’obtenir un assez bon compromis sur les allures des courbes contrainte nette-ouverture d’entaille. Ainsi, l’augmentation très forte du paramètre A (100 MPa) couplée à la diminution importante du paramètre B (0,19) permet d’injecter de façon très progressive la contribution du rhéodurcissement afin d’empêcher une remontée trop brutale de la contrainte nette après le pic de saturation sur la simulation des essais sur éprouvettes TE1.



(a)

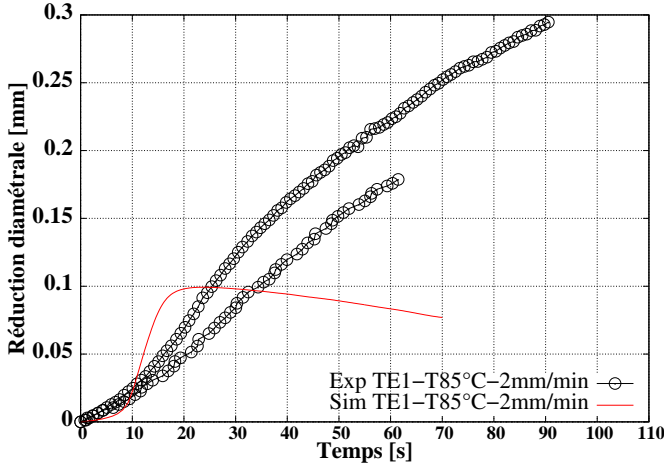


(b)

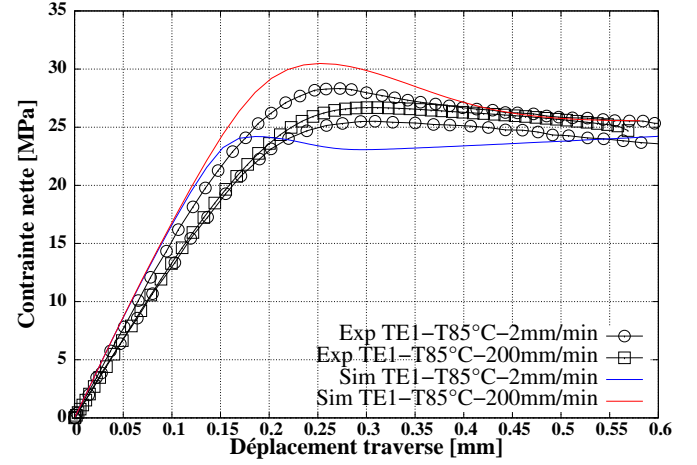
FIGURE IV.12 – (a) : Courbes expérimentales et simulées de la contrainte nette en fonction de l’ouverture d’entaille sur l’éprouvette TE1 à 2 mm/min et à 85°C ; (b) : Courbes expérimentales et simulées de la contrainte nette en fonction de l’ouverture d’entaille sur l’éprouvette TE0,06 à 2 mm/min et à 85°C.

Concernant la réduction diamétrale, le graphe de la figure IV.13(a) révèle que celle-ci est fortement sous-estimée par la simulation. Cette sous-estimation, due à la valeur très élevée du paramètre A , représente donc un coût que l’on choisit de supporter au profit d’une meilleure corrélation des courbes contrainte nette-ouverture d’entaille.

Finalement, les paramètres K et n du tableau IV.5 sont choisis de telle sorte que l’écart sur le niveau de la contrainte nette après le pic de saturation soit très faible, la sensibilité du matériau à la vitesse de sollicitation étant à cette température imperceptible sur les résultats obtenus.



(a)



(b)

FIGURE IV.13 – (a) : Courbes expérimentales et simulées de la réduction diamétrale en fonction du temps sur l'éprouvette TE1 à 2 mm/min et à 85°C ; (b) : Courbes expérimentales et simulées de la force en fonction du déplacement traverse correspondant aux essais effectués à 2 mm/min, 20 mm/min et 200 mm/min à 85°C sur l'éprouvette TE1.

B.I.3 Bilan de l'identification de la viscosité aux différentes températures

Enfin, on superpose dans le graphe de la figure IV.14, pour les trois températures explorées et aux différentes vitesses de déplacement de traverse imposées, les contraintes nettes maximales à saturation expérimentales et simulées. Ainsi le graphe met clairement en évidence une baisse de la viscosité du matériau avec l'augmentation de la température.

B.II Optimisation des paramètres d'endommagement

B.II.1 Identification du paramètre q_2 par la distribution spatiale de la porosité

Le travail d'optimisation consiste ensuite à identifier la partie du modèle GTN régissant l'évolution de l'endommagement au cours du chargement. On s'intéresse ainsi tout d'abord au paramètre d'endommagement q_2 qui on le rappelle joue le rôle de pondérateur de l'influence du taux de triaxialité des contraintes, et qui permet par conséquent de piloter la vitesse d'endommagement au cours du calcul. Notons que l'objectif est bien d'agir sur ce coefficient afin de corrélérer au mieux les allures des distributions de taux de porosité mesurées à partir des observations tomographiques sur les deux types d'éprouvettes TE1 et TE0,06. Pour y parvenir, on étudie dans un premier temps, à partir des coefficients du tableau IV.3, l'influence du paramètre q_2 sur la distribution spatiale et temporelle de l'endommagement en fixant q_1 égal à 1 puis en augmentant progressivement la valeur de q_2 . Précisons que seules les distributions

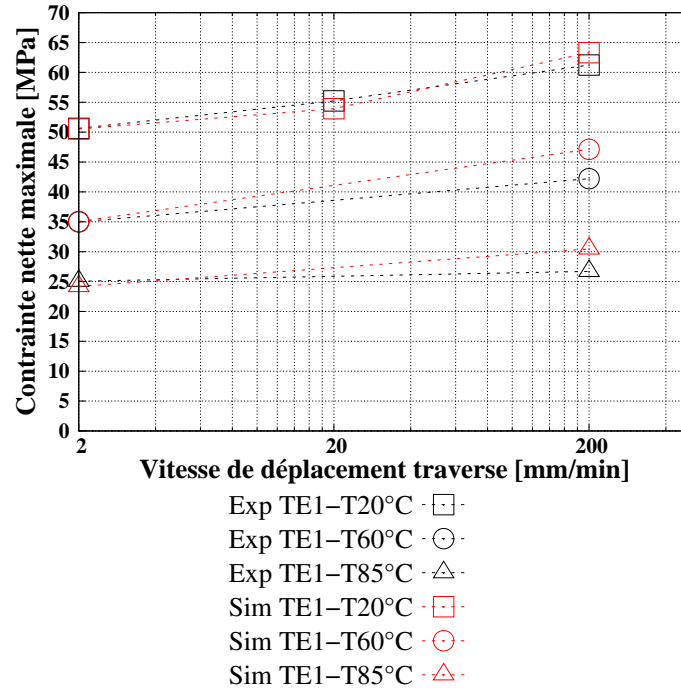


FIGURE IV.14 – Évolution de la contrainte nette maximale à saturation en fonction de la température et de la vitesse de déplacement de traverse, comparaison entre les résultats expérimentaux et simulés.

selon la direction radiale sont confrontées au calcul sachant que celles-ci sont obtenues en relevant les valeurs de la variable interne f extrapolées aux nœuds des maillages des éprouvettes situées sur la ligne centrale de coordonnée $z=0$ (cf. figure IV.5). A noter par ailleurs que l'on considère pour l'ensemble des calculs une valeur de taux de porosité initial f_0 égale à 1%, valeur ne s'appuyant pas sur une mesure expérimentale effectuée au cours de cette thèse, mais cohérente par rapport au taux mesuré au cours de précédentes études telles que celle menée par Boisot [Boisot et al., 2011]. Finalement, mentionnons également le fait que d'un point de vue numérique on indique au code de calcul ZéBuLoN employé d'adapter le pas de temps du calcul en fonction de l'évolution de la variable interne f . On règle alors l'augmentation maximale du taux de porosité f au cours d'un seul pas égale à 1%.

On présente tout d'abord les résultats obtenus sur l'éprouvette TE1. Comme indiqué sur les deux graphes des figures IV.15(a) et IV.15(b) les distributions simulées «Sim TE1-A» et «Sim TE1-B» sont construites en post-traitant la variable f aux instants correspondant approximativement aux ouvertures d'entaille finales des deux essais interrompus TE1-A et TE1-B. Ainsi la première valeur de q_2 étudiée est égale à 1,25 et l'on superpose dans le graphe de la figure IV.16(a) les distributions radiales normalisées expérimentales et simulées, les isovaleurs correspondantes étant visibles sur les figures IV.16(b) et IV.16(c). Ainsi on constate que la simulation

prévoit aux deux instants d'interruption du chargement des allures en forme de « cloche » qui diffèrent des allures expérimentales par une localisation plus forte de l'endommagement (courbes simulées plus resserrées que les courbes expérimentales).

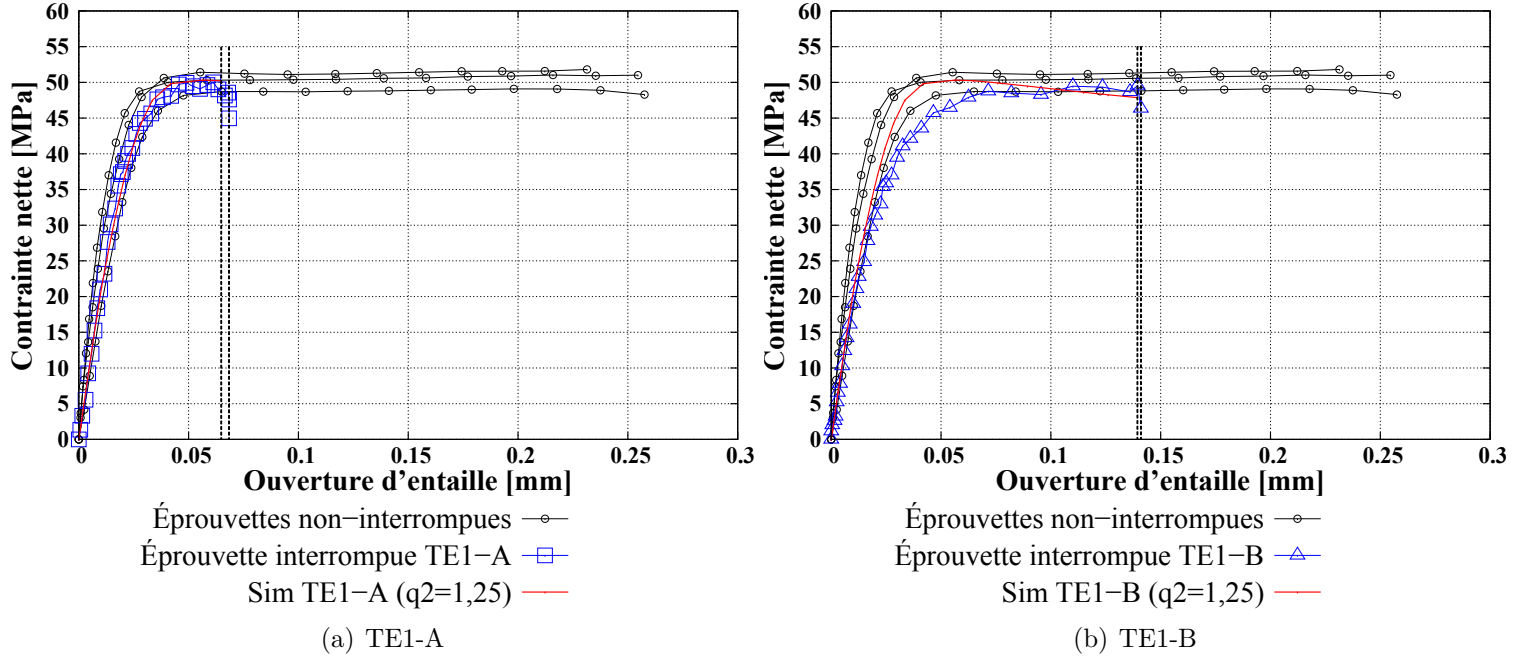


FIGURE IV.15 – Courbes contraintes nette-ouverture d'entaille correspondant aux essais de traction interrompus sur les éprouvettes TE1 et indication des instants d'interruption considérés au calcul pour le tracé des distributions radiales d'endommagement.

On voit par ailleurs que les positions radiales des taux de porosité maximums obtenues au calcul sont plus rapprochées du fond d'entaille. On constate en revanche que la simulation prévoit tout comme l'expérience un léger déphasage entre les deux courbes « Sim TE1-A » et « Sim TE1-B », le déphasage obtenu au calcul étant de surcroît comparable à celui mesuré expérimentalement.

La démarche consiste ensuite à effectuer une nouvelle simulation des essais sur éprouvettes TE1 en fixant cette fois-ci q_2 à 1,5. Le graphe de la figure IV.17(a) ne montre pas d'évolution notable des allures des courbes simulées « Sim TE1-A » et « Sim TE1-B » avec l'augmentation du paramètre q_2 . On assiste donc à une augmentation générale du taux de porosité et une quasi-stagnation de la tendance des deux courbes.

La tendance évolue significativement après une deuxième augmentation de la valeur du paramètre q_2 . Ainsi le graphe de la figure IV.18(a) indique les résultats obtenus pour q_2 égal à 1,75 et l'on constate un resserrement plus important de la courbe « Sim TE1-A », la tendance de la courbe « Sim TE1-B » restant quasiment inchangé.

Ainsi l'augmentation de q_2 influence assez peu la distribution spatiale et temporelle de l'endommagement sur l'éprouvette TE1. Poursuivons l'étude de l'influence du paramètre q_2 en

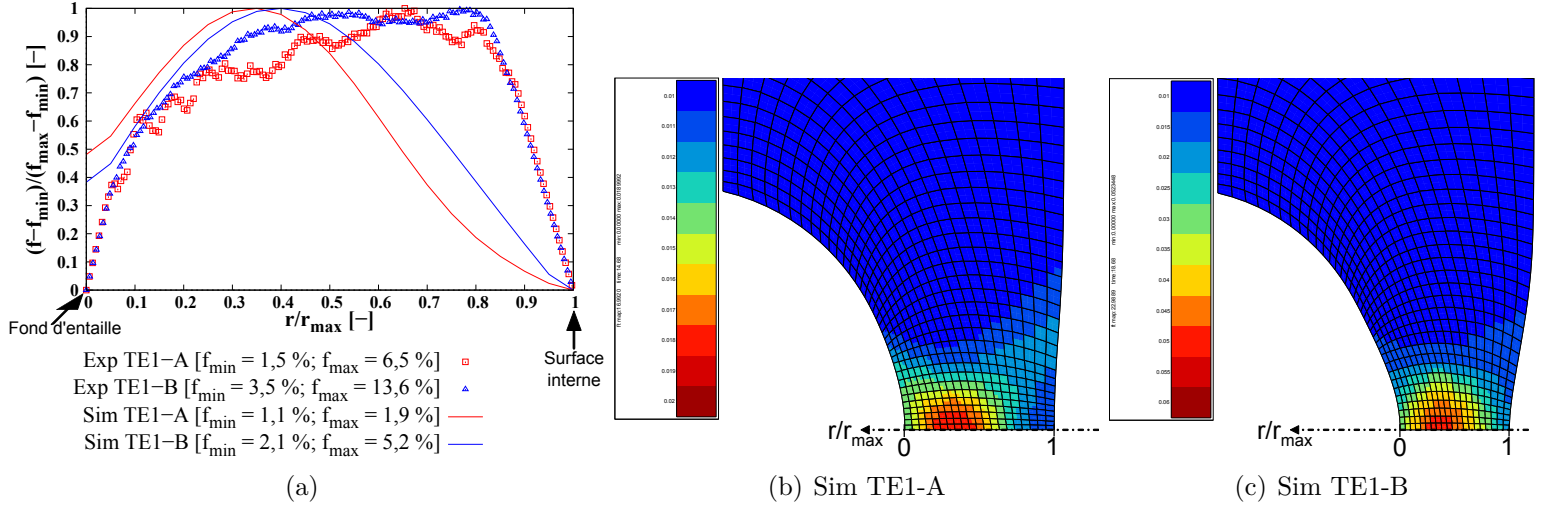


FIGURE IV.16 – Profils expérimentaux et simulés ($q_2=1,25$) de la distribution radiale de l'endommagement tracés aux deux instants du chargement sur l'éprouvette TE1.

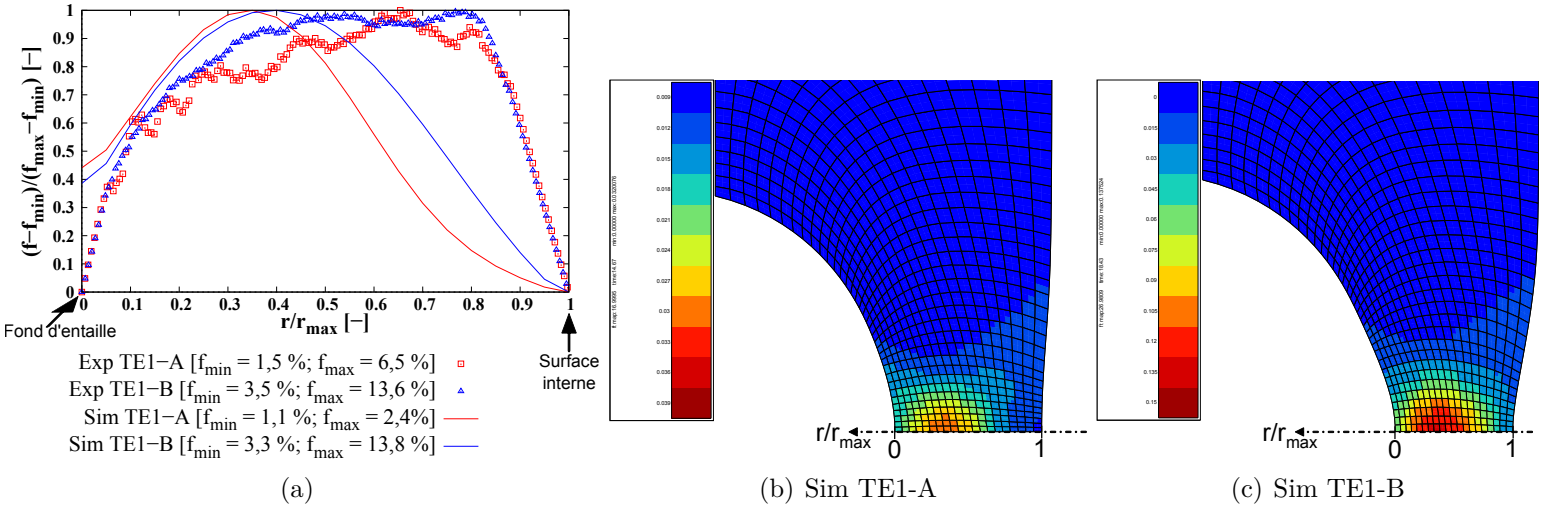


FIGURE IV.17 – Profils expérimentaux et simulés ($q_2=1,5$) de la distribution radiale de l'endommagement tracés aux deux instants du chargement sur l'éprouvette TE1.

présentant désormais les résultats obtenus sur l'éprouvette TE0,06. On suit une démarche de dépouillement des résultats identique à celle employée sur l'éprouvette TE1 à savoir que les données concernant la variable f sont post-traitées aux instants correspondant approximativement aux ouvertures d'entaille finales des deux essais interrompus TE0,06-A et TE0,06-B (cf. figures IV.19(a) et IV.19(b)).

Tout comme précédemment, la première valeur de q_2 explorée est 1,25. Ainsi le graphe de la figure IV.20(a) montre que le calcul ne prévoit pas pour cette valeur de q_2 un décalage significatif de la position radiale du taux de porosité maximal du fond d'entaille vers la surface interne de la l'éprouvette. Les iso-valeurs associées aux deux courbes «Sim TE0,06-A» et «Sim TE0,06-B» et que l'on peut voir sur les figures IV.20(b) et IV.20(c) indiquent clairement que

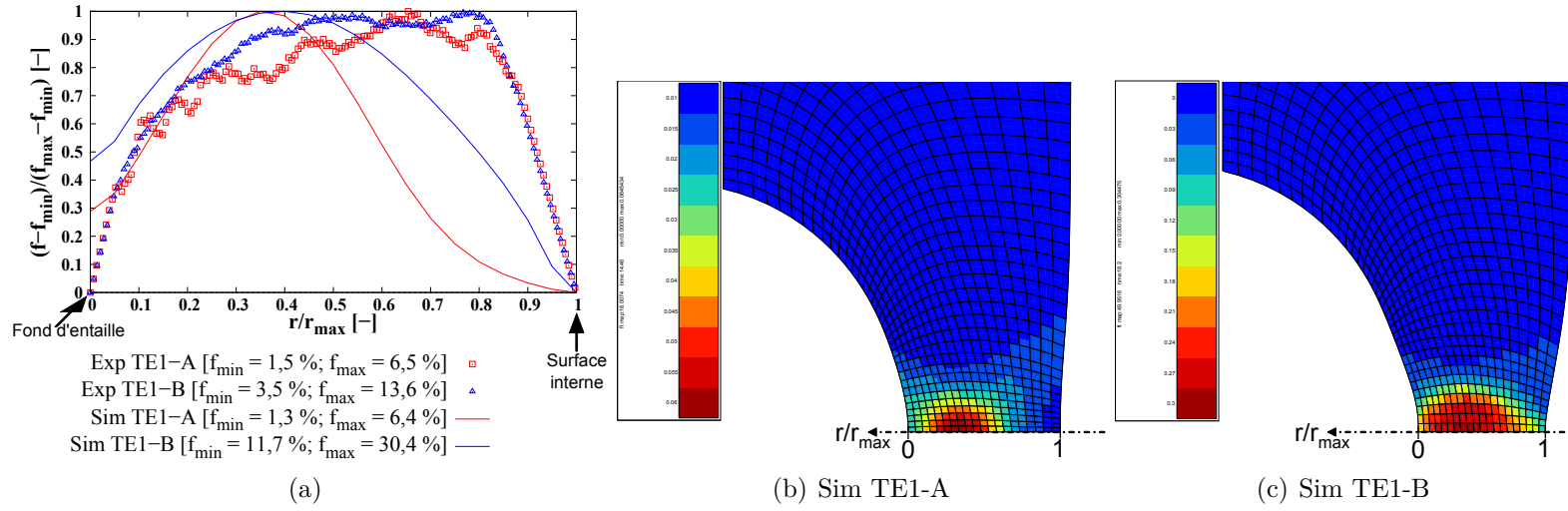


FIGURE IV.18 – Profils expérimentaux et simulés ($q_2=1,75$) de la distribution radiale de l'endommagement tracés aux deux instants du chargement sur l'éprouvette TE1.

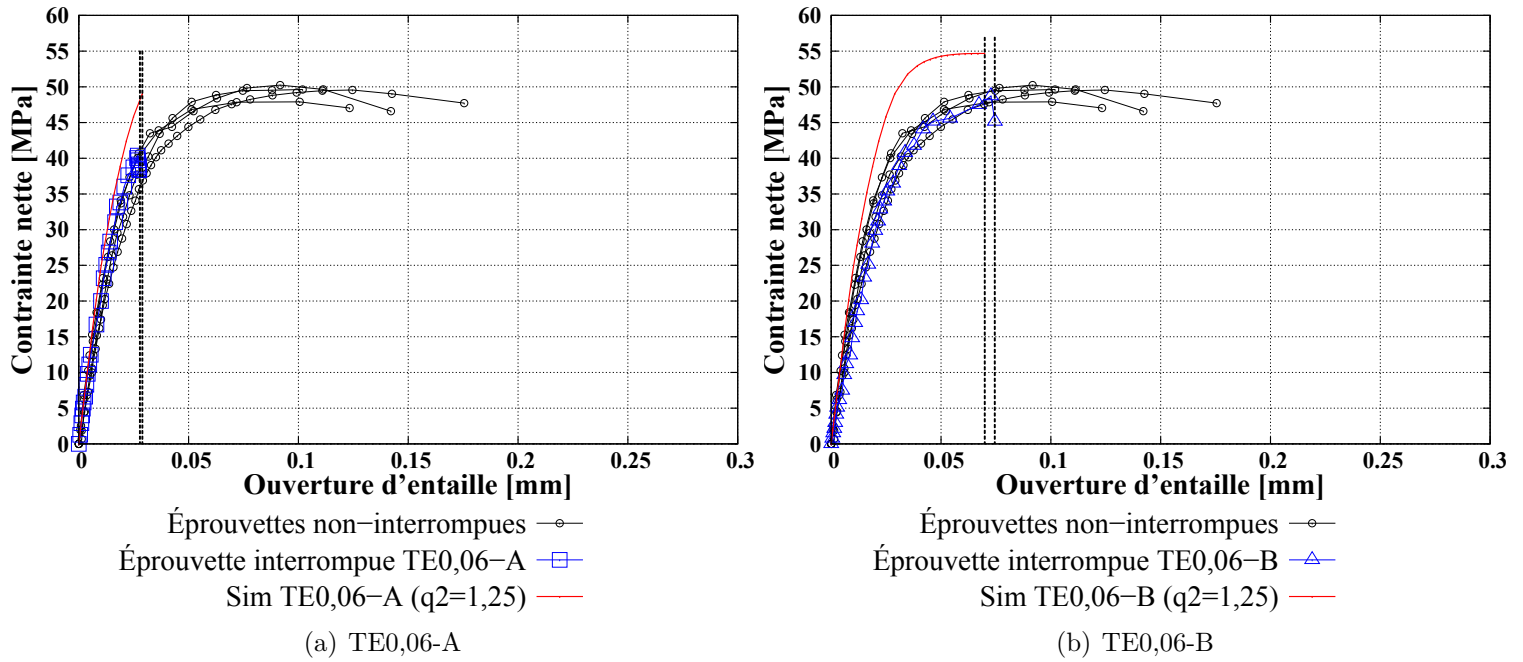


FIGURE IV.19 – Courbes contraintes nette-ouverture d'entaille correspondant aux essais de traction interrompus sur les éprouvettes TE0,06 et indication des instants d'interruption considérés au calcul pour le tracé des distributions radiales d'endommagement.

l'endommagement reste localisé près du fond d'entaille tout au long du chargement, alors que l'on constate expérimentalement que le maximum de l'endommagement se déporte radialement de façon importante en direction du milieu de l'épaisseur de l'éprouvette TE0,06. Notons que d'un point de vue plus quantitatif on constate que l'écart obtenu par le calcul entre les deux pics d'endommagement est d'environ 0,027 mm, celui mesuré expérimentalement valant on le rappelle à peu près 0,421 mm. Finalement, la distance entre le pic d'endommagement de la

courbe «Sim TE0,06-A» et le fond d'entaille est approximativement de 0,027 mm tandis que celle indiquée sur la courbe expérimentale «Exp TE0,06» est d'environ 0,127 mm.

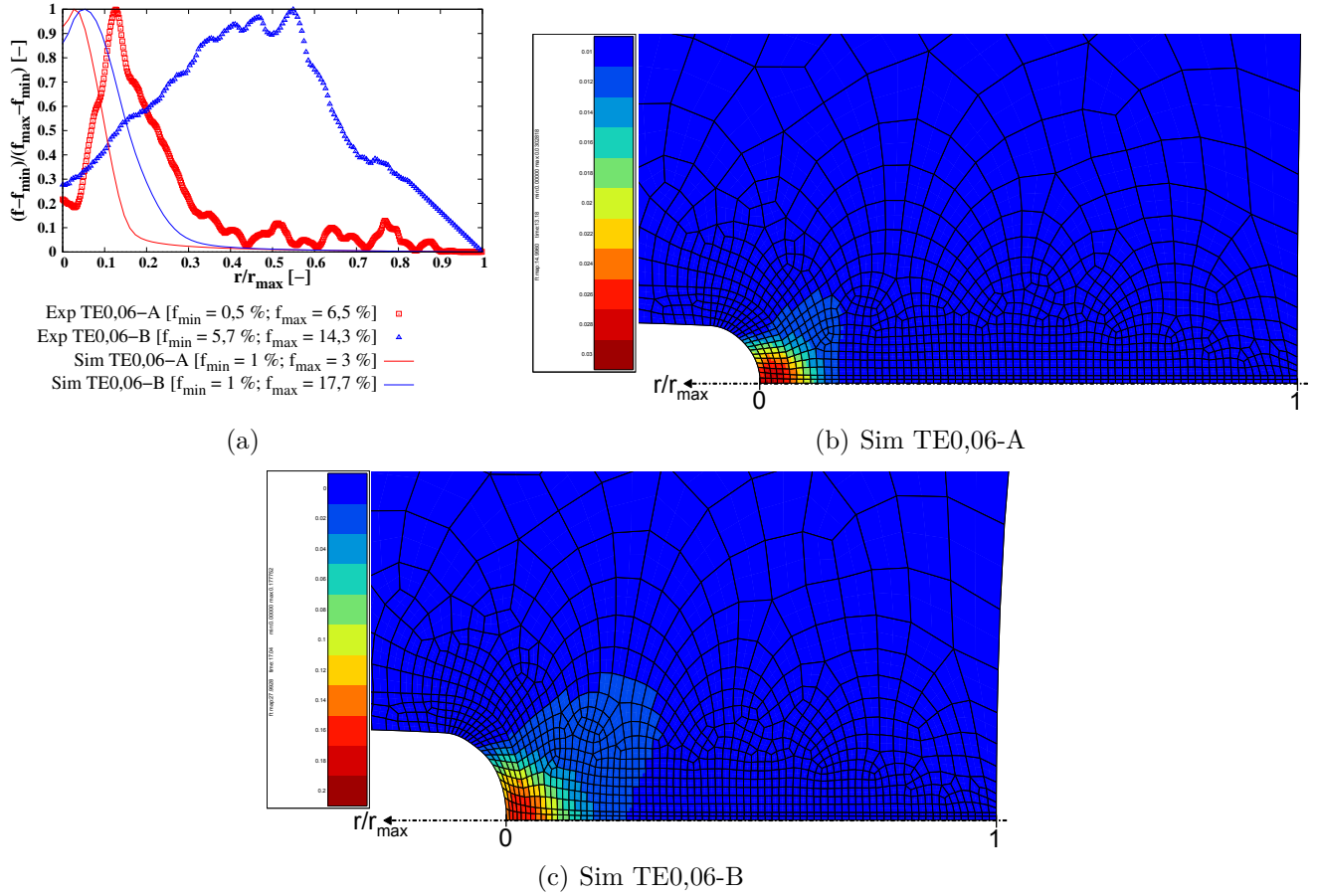


FIGURE IV.20 – Profils expérimentaux et simulés ($q_2=1,25$) de la distribution radiale de l'endommagement tracés aux deux instants du chargement sur l'éprouvette TE0,06.

Lorsque q_2 vaut 1,5 (cf. graphe de la figure IV.21(a)) l'écart entre les deux pics d'endommagement augmente sensiblement puisque celui-ci vaut à présent environ 0,067 mm, la distance entre le premier pic de la courbe «Sim TE0,06-A» et le fond d'entaille se rapprochant elle aussi de celle mesurée expérimentalement en s'établissant désormais à environ 0,12 mm. A noter que l'on constate une nette amélioration de la représentativité de l'allure de la courbe «Sim TE0,06-A», celle de la courbe «Sim TE0,06-B» étant jugée encore insuffisante.

En portant la valeur de q_2 à 1,75 on obtient des résultats beaucoup plus représentatifs. Ainsi le graphe de la figure IV.22(a) indique que le calcul prévoit une délocalisation marquée de l'endommagement qui s'apparente à celle mesurée expérimentalement bien que ne l'étant pas encore suffisamment. En effet, on mesure cette fois un écart entre les deux pics d'endommagement d'environ 0,133 mm ainsi qu'une distance entre le pic de la courbe «Sim TE0,06-A» et le fond d'entaille diminuant légèrement à 0,107 mm.

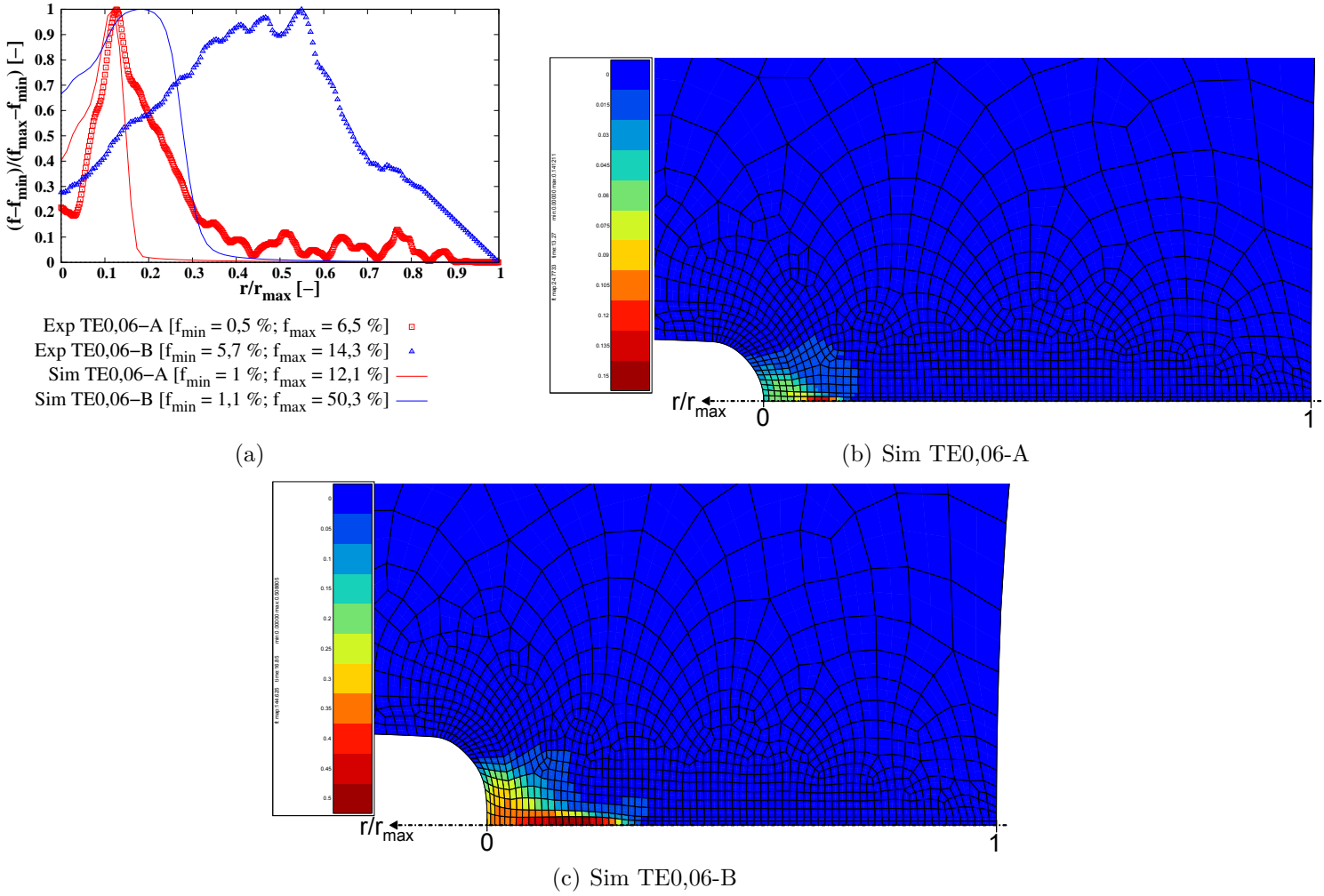


FIGURE IV.21 – Profils expérimentaux et simulés ($q_2=1,5$) de la distribution radiale de l'endommagement tracés aux deux instants du chargement sur l'éprouvette TE0,06.

Cette étude de l'influence du paramètre q_2 sur la distribution de l'endommagement s'achève en commentant les résultats obtenus sur les trois dernières valeurs de q_2 explorées que sont 1,8 ; 1,85 et 2. Ainsi les courbes des figures IV.23(a), IV.23(b) et IV.23(c) indiquent que jusqu'à q_2 égal à 1,85 la poursuite de l'augmentation du paramètre engendre à la fois une légère amélioration de la représentativité de l'écart entre les deux pics d'endommagement ($\approx 0,16mm$) ainsi qu'une dégradation de celle de l'allure de la courbe «Sim TE0,06-B» qui s'apparente non plus à une forme «en cloche» mais plutôt à un créneau. Finalement la valeur de q_2 égal à 2 ne prévoit plus la délocalisation de l'endommagement et n'est donc pas jugée représentative de l'expérience.

Ainsi compte tenu de ces résultats la valeur du coefficient q_2 jugée comme étant celle offrant le meilleur compromis en termes de prévision de la distribution spatiale et temporelle de l'endommagement est 1,75.

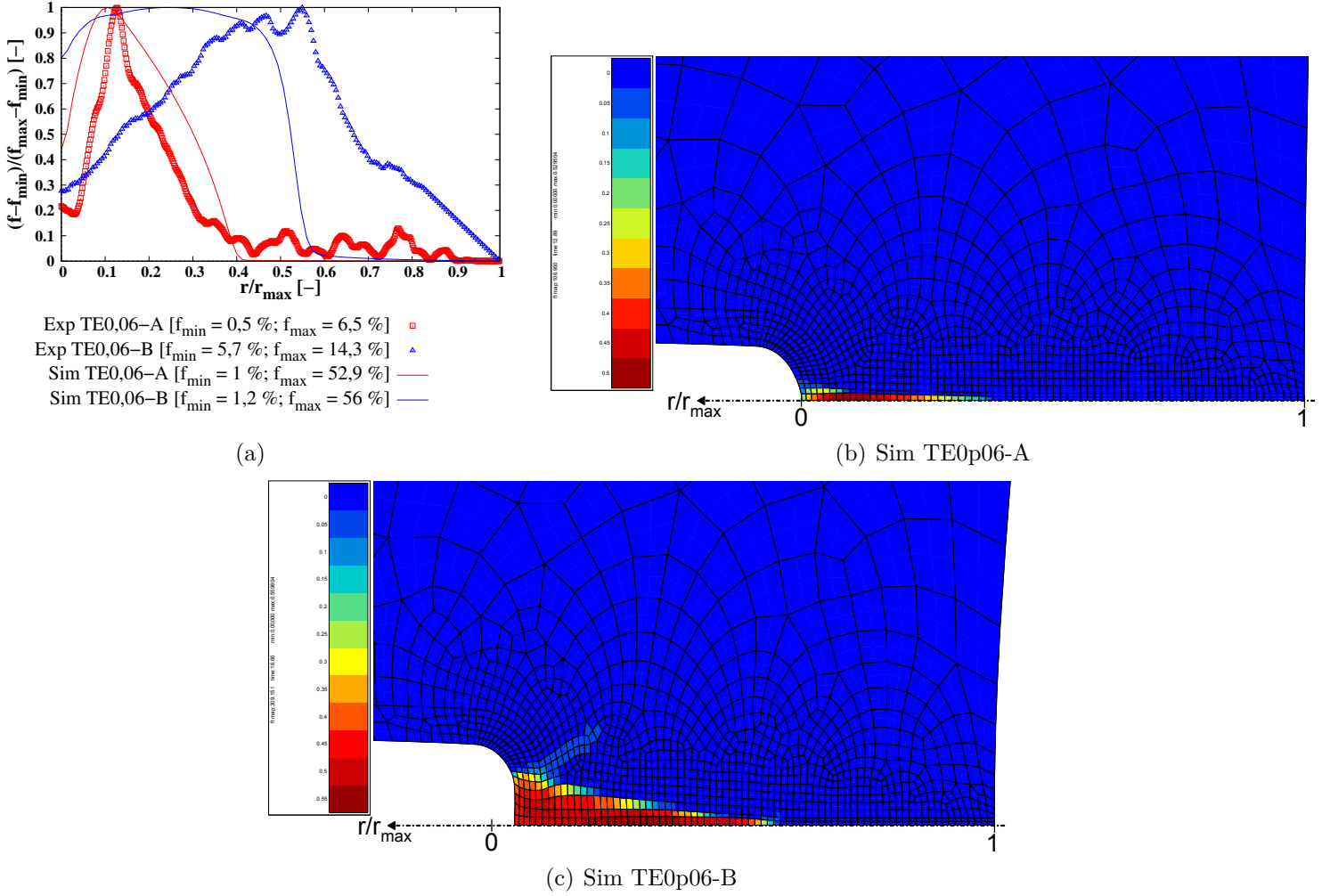
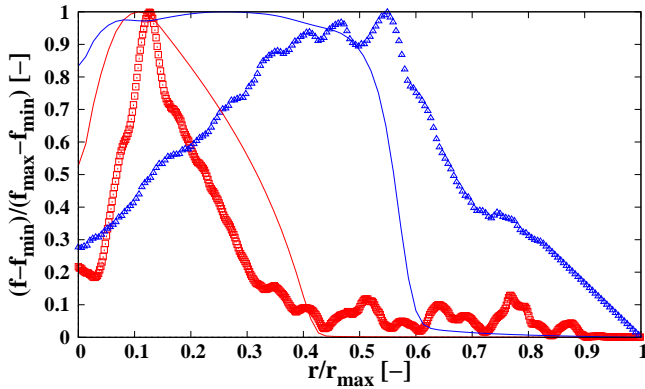


FIGURE IV.22 – Profils expérimentaux et simulés ($q_2=1,75$) de la distribution radiale de l'endommagement tracés aux deux instants du chargement sur l'éprouvette TE1.

Remarque à propos de l'influence du paramètre q_2 sur la réduction diamétrale et sur la contrainte nette :

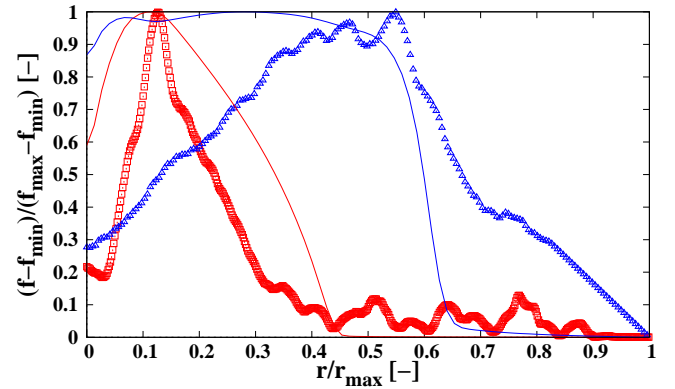
Notons qu'il est important de vérifier l'effet de q_2 sur les courbes globales. Ainsi on constate sur les graphes des figures IV.20 et IV.24(b) que l'augmentation du paramètre q_2 provoque une légère diminution du niveau de contrainte à partir de la contrainte nette maximale qui elle est très peu influencée par la valeur du coefficient q_2 .

L'impact est par ailleurs beaucoup plus élevé sur la réduction diamétrale. Le graphe de la figure IV.25 indique en effet une très nette diminution de cette grandeur et dans le même temps une amélioration très significative de la représentativité de celle-ci vis-à-vis des mesures expérimentales.



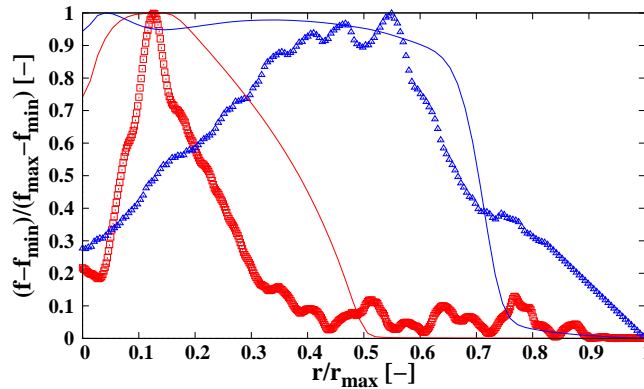
Exp TE0,06-A [$f_{\min} = 0,5 \%$; $f_{\max} = 6,5 \%$] \square
 Exp TE0,06-B [$f_{\min} = 5,7 \%$; $f_{\max} = 14,3 \%$] \triangle
 Sim TE0,06-A [$f_{\min} = 1 \%$; $f_{\max} = 53,8 \%$] —
 Sim TE0,06-B [$f_{\min} = 1,2 \%$; $f_{\max} = 56,2 \%$] —

(a) $q_2 = 1,8$



Exp TE0,06-A [$f_{\min} = 0,5 \%$; $f_{\max} = 6,5 \%$] \square
 Exp TE0,06-B [$f_{\min} = 5,7 \%$; $f_{\max} = 14,3 \%$] \triangle
 Sim TE0,06-A [$f_{\min} = 1 \%$; $f_{\max} = 54 \%$] —
 Sim TE0,06-B [$f_{\min} = 1,3 \%$; $f_{\max} = 56,4 \%$] —

(b) $q_2 = 1,85$



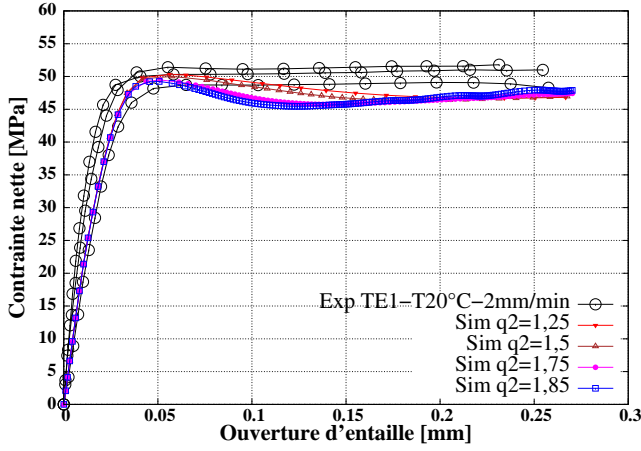
Exp TE0,06-A [$f_{\min} = 0,5 \%$; $f_{\max} = 6,5 \%$] \square
 Exp TE0,06-B [$f_{\min} = 5,7 \%$; $f_{\max} = 14,3 \%$] \triangle
 Sim TE0,06-A [$f_{\min} = 1 \%$; $f_{\max} = 54,3 \%$] —
 Sim TE0,06-B [$f_{\min} = 1,4 \%$; $f_{\max} = 58 \%$] —

(c) $q_2 = 2$

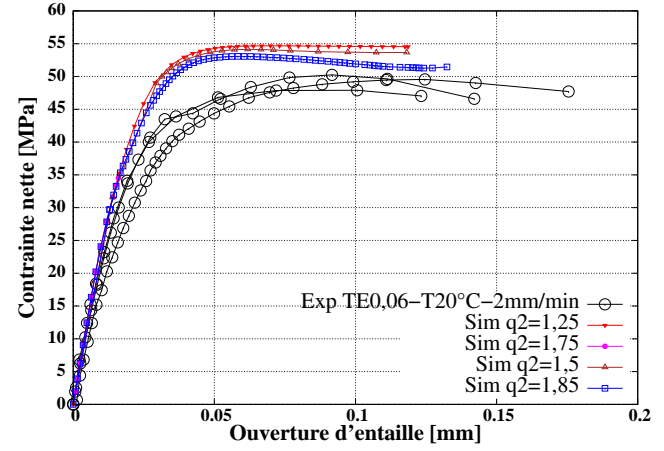
FIGURE IV.23 – Distributions radiales normalisées de l'endommagement en fonction de la valeur de q_2 obtenues au calcul sur l'éprouvette TE0,06.

B.II.2 Identification du paramètre q_1 par simulation de l'essai in-situ en laminographie synchrotron sur éprouvette CT

La détermination du deuxième paramètre d'endommagement q_1 s'appuie sur les résultats de l'essai in-situ en laminographie synchrotron présentés à la fin du chapitre précédemment. Rappelons que le paramètre q_1 constitue le critère de rupture du modèle GTN, critère dont le déclenchement, une fois le taux de porosité critique $f_c = 1/q_1$ atteint en un point de Gauss de



(a)



(b)

FIGURE IV.24 – (a) : Influence du paramètre q_2 sur la contrainte nette obtenue au calcul sur l'éprouvette TE1 ; (b) : Influence du paramètre q_2 sur la contrainte nette obtenue au calcul sur l'éprouvette TE0,06.

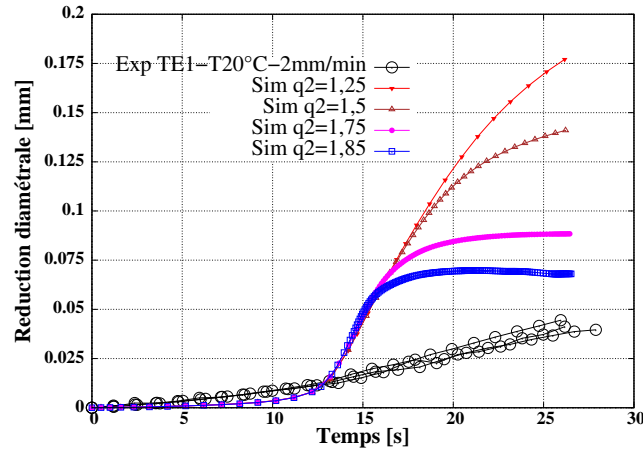


FIGURE IV.25 – Influence du paramètre q_2 sur la réduction diamétrale obtenue au calcul sur l'éprouvette TE1

l'élément, s'accompagne de la neutralisation de cet élément rompu en lui associant un module de Young très faible (0,3 MPa), le coefficient de Poisson valant quant à lui 0,03. A noter que l'on est ainsi en mesure de simuler grâce à ce critère la propagation d'une fissure par les ruptures successives des éléments de proche en proche. L'objectif de cette dernière phase d'identification du modèle GTN consiste alors à trouver une valeur de q_1 représentative de l'essai réalisé du point de vue d'une part de l'instant et de la position de l'amorçage de la fissure macroscopique principale, que l'on peut voir sur la figure III.42, et d'autre part de la direction de propagation

de cette fissure.

B.II.2.1 Les conditions limites de l'essai in-situ en laminographie synchrotron sur CT

Ainsi comme on peut le voir sur la figure IV.26 l'éprouvette CT est modélisée en 3D jusqu'à mi-épaisseur ($z=0,5$ mm) par des éléments cubiques linéaires («c3d8» dans le code ZéBuLoN). Par ailleurs les conditions limites considérées sont relatives au dispositif expérimental de la figure IV.27. Afin d'obtenir une cinématique de chargement la plus représentative on choisit de prendre en compte le contact entre l'éprouvette CT et la mâchoire droite comme indiqué sur la figure IV.26 («CL 4»). Le contact entre les deux pièces est alors géré dans le logiciel ZéBuLoN en utilisant classiquement une méthode de pénalisation et en considérant un coefficient de frottement quasiment nul de 0,01. Ainsi on impose une vitesse de déplacement constante dans la direction -X à tous les nœuds appartenant à la mâchoire droite, ces mêmes nœuds étant bien entendu bridés dans les autres directions. À noter que l'on choisit en effet de simplifier le chargement imposé qui en réalité ne correspond pas à une vitesse d'ouverture d'entaille constante tout au long de l'essai mais bien à une succession de déplacements imposés entrecoupés de périodes de maintien au cours desquelles se produit une relaxation partielle des contraintes. Rappelons également que la vitesse de déplacement imposée n'est pas mesurée au cours de l'expérience et que par conséquent la valeur de 2 mm/min imposée au calcul est choisie de façon arbitraire et jugée représentative. À propos toujours des conditions limites, on précise que le contact entre la mâchoire gauche et l'éprouvette est considéré comme étant parfait et de ce fait les nœuds appartenant à la surface de contact côté éprouvette sont bloqués suivant l'axe X (cf. «CL 3» sur la figure IV.26). On mentionne également que la colle, utilisée lors de l'expérience afin de brider une partie de l'éprouvette CT (cf. figure IV.27), est prise en compte dans la simulation en encastrant les nœuds comme indiqué sur la figure IV.26 («CL 2»). Finalement, une simplification est proposée en interdisant tout flambement de l'éprouvette au cours du chargement (blocage suivant l'axe Z de l'ensemble des nœuds de coordonnées $(x,y, z=0,5$ mm) («CL 1»)).

B.II.2.2 Maillage de l'éprouvette CT

Le maillage de l'éprouvette CT sur lequel s'appuie l'identification du paramètre q_1 est élaboré en effectuant au préalable une première simulation destinée à évaluer la direction de propagation de la fissure dans le plan (x,y) de l'éprouvette CT (cf. figure IV.26). Rappelons en effet que le chargement appliqué n'étant pas symétrique on s'attend à ce que la simulation prévoit tout comme l'expérience une direction de propagation non-confondue avec le plan (y,Z) passant par le fond d'entaille. Rappelons qu'un certain nombre d'études dans la littérature montrent que la propagation simulée d'une fissure est dépendante de la taille des éléments [Besson et al., 2001]

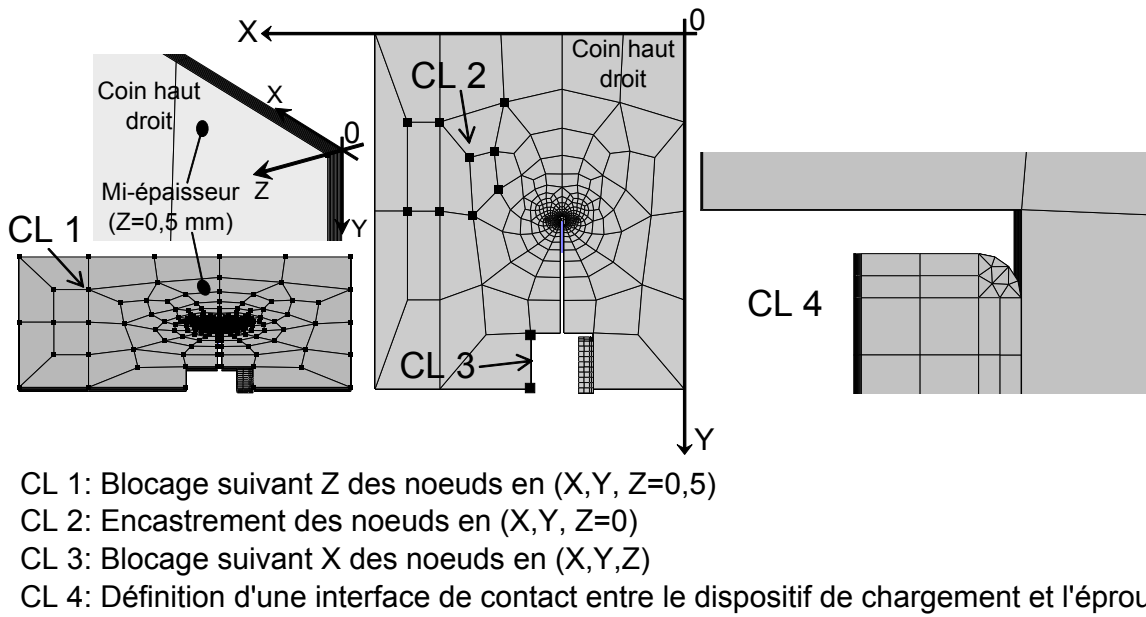


FIGURE IV.26 – Mise en évidence des conditions limites considérées pour la simulation de l'essai in-situ en laminographie synchrotron sur éprouvette CT.

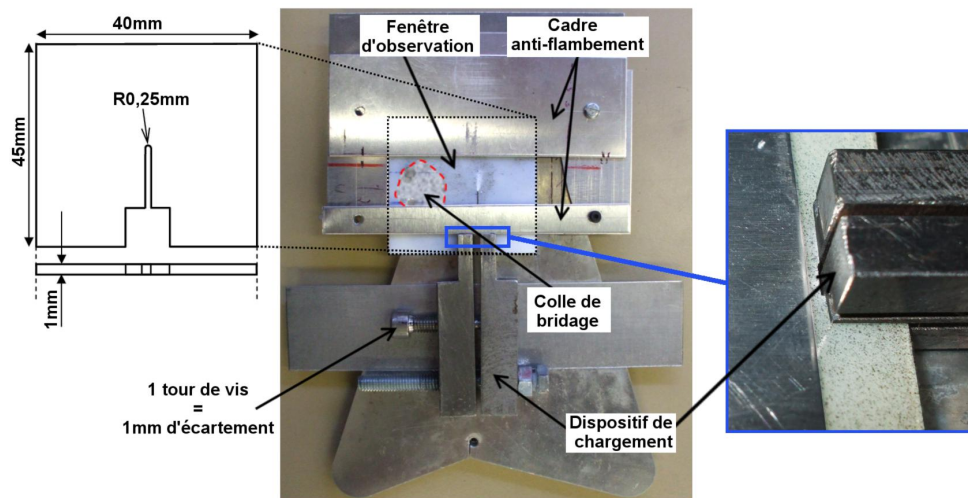


FIGURE IV.27 – Mise en évidence du dispositif expérimental et de la géométrie des éprouvettes CT.

mais également de leurs orientations dans le maillage [Hamon, 2006]. Compte tenu de cette dépendance, certains auteurs, tels que Besson et al. [Besson et al., 2001], préconisent de considérer la taille ainsi que « l'orientation » des éléments par rapport à la direction de propagation comme des paramètres à part entière. Par conséquent, au même titre que les paramètres matériaux, les paramètres liés au maillage doivent être maintenus constants dans la mesure du possible pour l'ensemble des futurs calculs d'application menés en utilisant le modèle identifié.

Ainsi on souhaite identifier le paramètre q_1 à partir d'un maillage « réglé » orienté dans la

direction de propagation de la fissure sur le plan (x,y) de l'éprouvette CT (cf. figure IV.26). Afin de déterminer cette direction, pour pouvoir ensuite construire le maillage «réglé», on réalise donc une simulation préliminaire à partir d'un maillage dit «libre» ne présentant aucune direction d'élément privilégiée. Notons également que la simulation préliminaire présente une autre intérêt. En effet, connaissant précisément la zone critique où a été observée la propagation de la fissure sur le maillage «libre», le maillage «réglé» peut être optimisé en raffinant uniquement dans la zone de propagation. Cette optimisation de maillage permet ensuite, à travers la diminution du temps de calcul obtenue, d'explorer un plus grand nombre de valeurs de taux de porosité critique f_c , rendant de ce fait plus précise l'identification de ce paramètre.

B.II.2.2.1 Simulation préliminaire en considérant un maillage «libre» : Détermination de la direction de propagation de la fissure

On commence par simuler l'essai in-situ en laminographie synchrotron en considérant un premier maillage dit «libre» (cf. figure IV.29(a)) et en considérant une valeur de f_c que l'on choisit de fixer temporairement à 70%, valeur concordante avec celle choisie par Lafarge [Lafarge, 2004] (65%). Celui-ci est constitué d'éléments linéaires cubiques (éléments «c3d8» dans le code Zé-BuLoN) dont les dimensions dans le plan (x,y) (repère de la figure IV.26) sont choisies voisines de $10\ \mu\text{m}$.

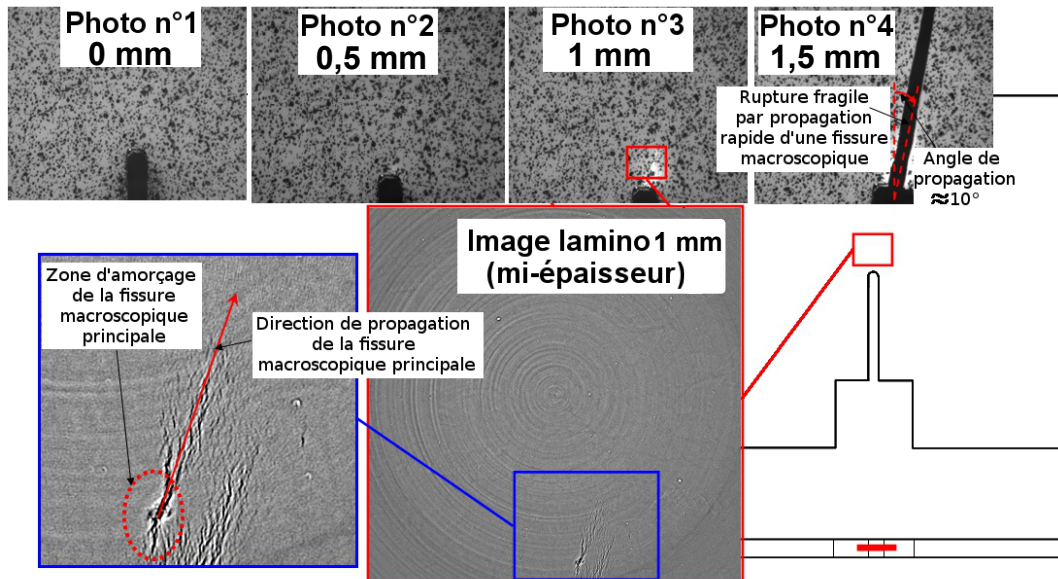


FIGURE IV.28 – Observation en laminographie synchrotron sur une éprouvette CT au voisinage du fond d'entaille.

Ainsi les résultats obtenus montrent tout d'abord que l'amorçage de la fissure se produit à mi-épaisseur et pour une ouverture d'entaille imposée (LLOD «imposed load line opening

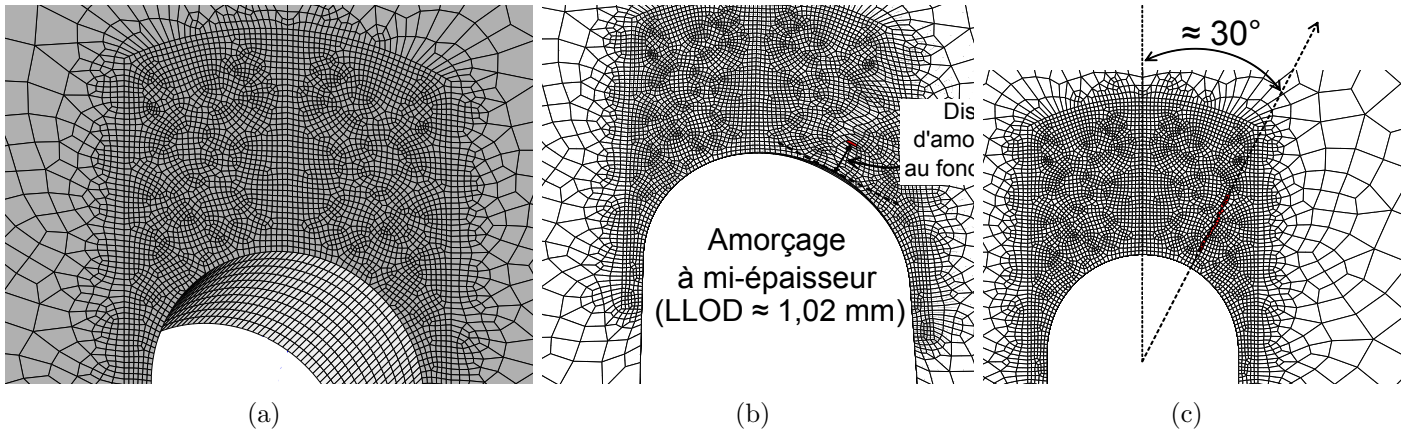


FIGURE IV.29 – (a) : Vue en perspective du maillage « libre » de l'éprouvette CT ; (b) : Mise en évidence du premier élément rompu et mesure de la distance de cet élément par rapport au fond d'entaille ; (c) : Mesure de l'angle de propagation de la fissure en s'appuyant sur le maillage non-déformée.

displacement ») d'environ 1,02 mm (cf. figure IV.29(b)). Notons que d'un point de vue expérimental l'observation réalisée, visible sur la figure IV.28 et correspondant on le rappelle à $LLOD \approx 1$ mm, révèle à mi-épaisseur une zone (entourée en pointillés rouges) au sein de laquelle un blanchiment vient d'avoir lieu. On rappelle par ailleurs que l'on choisit de considérer cette zone comme étant le point d'amorçage de la fissure principale macroscopique. Par conséquent l'instant de l'amorçage de la fissure ainsi que la position transversale du point d'amorçage prévus par la simulation (mi-épaisseur) en prenant f_c égal à 70% sont très proches de l'expérience. On évalue également la distance du point d'amorçage par rapport au fond d'entaille à environ $38 \mu\text{m}$, mesure qui ne peut être comparée à l'expérience étant donné l'absence du fond d'entaille sur l'observation de la figure IV.28. On rappelle que Laiarinandrasana et al. [Laiarinandrasana et al., 2013] avaient mesuré cette même distance sur du PA6 et avaient obtenu environ $100 \mu\text{m}$. La figure IV.29(c) indique ensuite que la fissure se propage à mi-épaisseur selon une direction faisant un angle d'environ 30° par rapport à l'axe central soit une valeur supérieure à celle mesurée expérimentalement ($\approx 10^\circ$). On précise bien entendu que cet angle de propagation de fissure dépend des conditions limites considérées, celui-ci eut été de 0° dans le cas d'un chargement symétrique. Guo [Guo, 2013] a récemment mené une étude dans le domaine de la modélisation de la rupture des polymères amorphes par l'approche locale. Cet auteur a réalisé au cours de cette étude des essais sur des éprouvettes SENT puis il a entrepris de les simuler en 3D en utilisant un modèle de zones cohésives. Il a ainsi également obtenu au calcul une localisation de l'endommagement se situant à mi-épaisseur et à une certaine distance du fond d'entaille. Notons que dans notre cas où le chargement est asymétrique, l'utilisation d'un tel modèle n'aurait pas permis de prévoir la direction de propagation de la fissure étant donné que le trajet de fissuration aurait été prédéfini à l'avance.

On souhaite finalement évaluer à titre indicatif la vitesse de propagation de la fissure en mesurant à différents instants du chargement la taille de celle-ci. A noter que l'on verra au cours de ce paragraphe que cette vitesse de propagation a pour vocation à être comparée à celle mesurée d'après la simulation menée à partir d'un maillage «réglé», l'objectif étant de vérifier la dépendance de cette caractéristique vis-à-vis de l'orientation du maillage. On précise aussi que l'on fait le choix de mesurer uniquement la vitesse de propagation de la fissure sur le plan (x,y) et non dans les autres directions, la propagation se faisant bien entendu dans les trois directions de l'espace. A ce propos, Laiarinandrasana et al. [Laiarinandrasana et al., 2013] présentent des résultats de simulation d'un essai identique à partir d'une éprouvette CT en PA6 de 2 mm d'épaisseur. L'auteur met en évidence clairement la propagation de la fissure dans l'espace en 3D, propagation qui s'amorce également à mi-épaisseur et à la distance du fond d'entaille déjà mentionnée de 100 μm). On choisit également de s'intéresser à la vitesse de propagation de la fissure au sein du maillage «libre», vitesse ayant pour vocation à être comparée avec celle mesurée par la suite au cours de ce paragraphe au sein d'un maillage «réglé». On peut voir sur la figure IV.30 la juxtaposition image par image de la propagation de la fissure ainsi que l'ensemble des mesures effectuées. Précisons que chaque mesure est obtenue en prenant la longueur de la fissure selon approximativement la direction de propagation de celle-ci. A partir de cette série de mesures on construit la courbe de la figure IV.31 et l'on obtient une vitesse de propagation quasiment linéaire d'environ 180 $\mu\text{m/s}$.

Finalement ces premiers résultats permettent d'effectuer une comparaison intéressante entre les distributions expérimentale et simulée de l'endommagement au sein de l'éprouvette CT. Ainsi on constate sur l'image de la figure IV.32(c) correspondant au champ d'endommagement au moment de l'amorçage que le modèle prévoit une distribution représentative de la réalité expérimentale.

B.II.2.2.2 Simulation en considérant un maillage «réglé» et comparaison des résultats avec le maillage «libre»

On s'appuie sur les résultats précédents, et notamment sur la mesure de la direction de propagation de la fissure, afin de construire un deuxième maillage dit «réglé», dont une vue en perspective est indiquée sur la figure IV.33. La taille d'éléments considérée dans le plan (x,y) est égale à la taille moyenne approximative des éléments du maillage «libre» à savoir 10 μm . Les éléments dans la zone de propagation sont donc de taille constante et sont orientés selon une direction faisant un angle de 30° par rapport à l'axe central comme indiqué sur la figure IV.34(a).

Ainsi la simulation de l'essai est menée à partir de ce maillage «réglé» et en se plaçant dans les mêmes conditions de calcul que celles décrites au paragraphe précédent, notamment

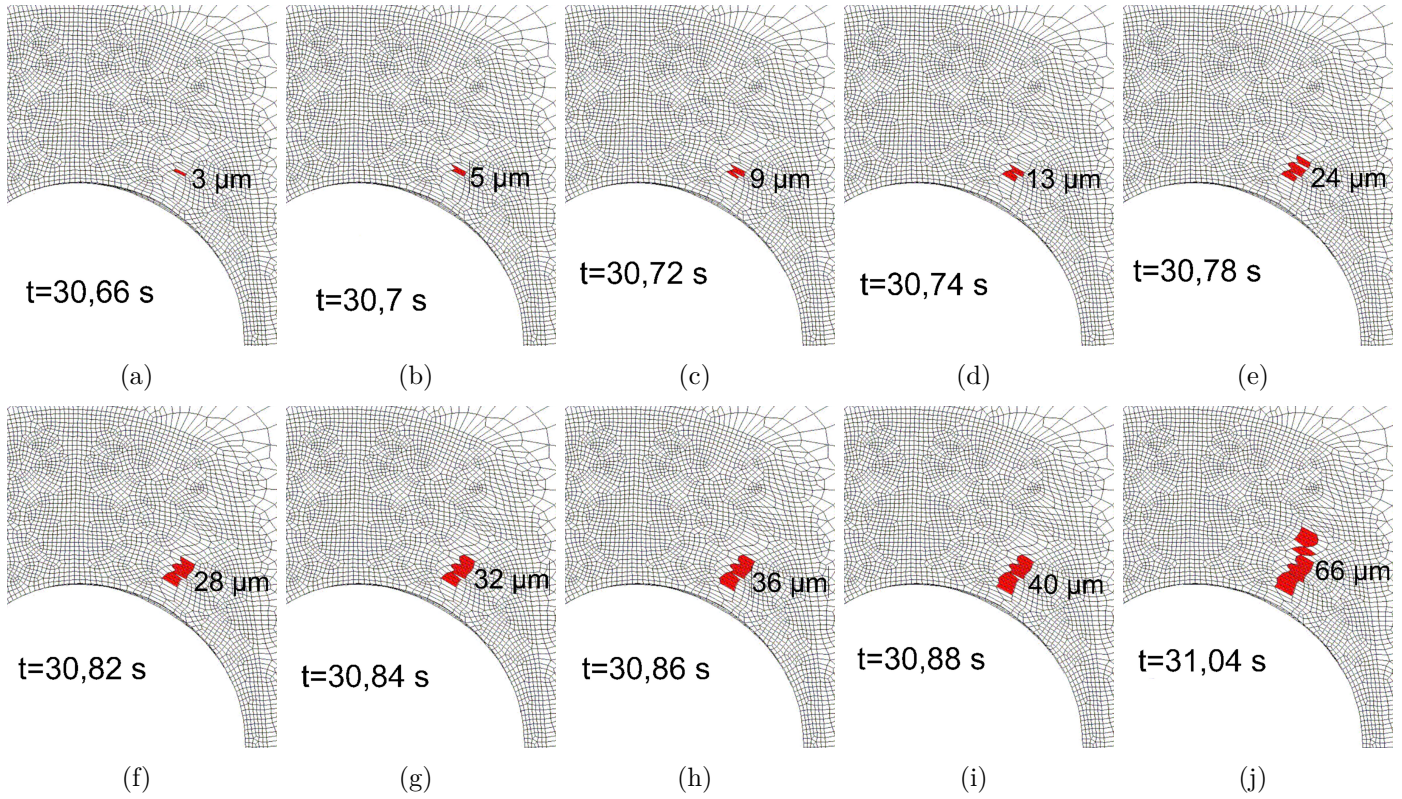


FIGURE IV.30 – Juxtaposition image par image de la propagation de la fissure sur l'éprouvette CT en considérant dans le plan longitudinal un maillage «libre» de taille d'élément d'environ 10 μm (éléments de couleur rouge = éléments cassés).

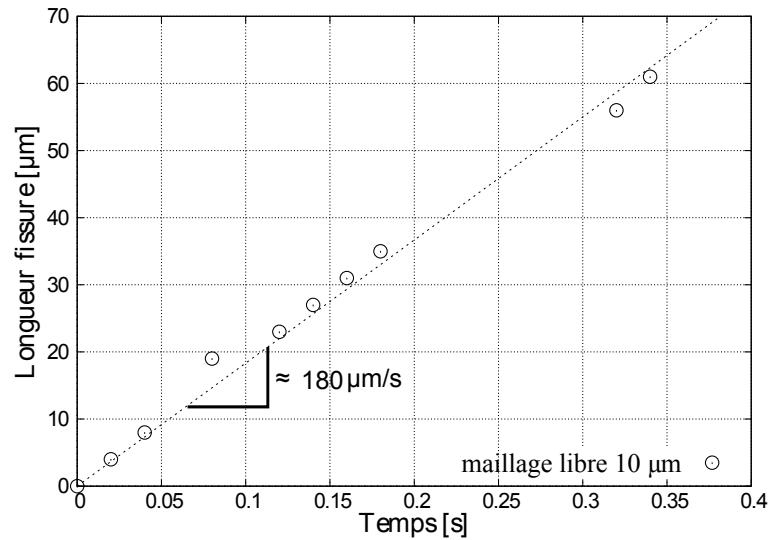


FIGURE IV.31 – Évolution de la longueur de la fissure en fonction du temps prévu par la simulation pour un taux de porosité critique f_c égal à 70% et en considérant dans le plan longitudinal un maillage «libre» de taille d'élément d'environ 10 μm .

en ce qui concerne le taux de porosité de critique f_c qui reste fixé à 70%. Les résultats obtenus montrent tout d'abord des différences de résultats de simulation avec le maillage «libre» en

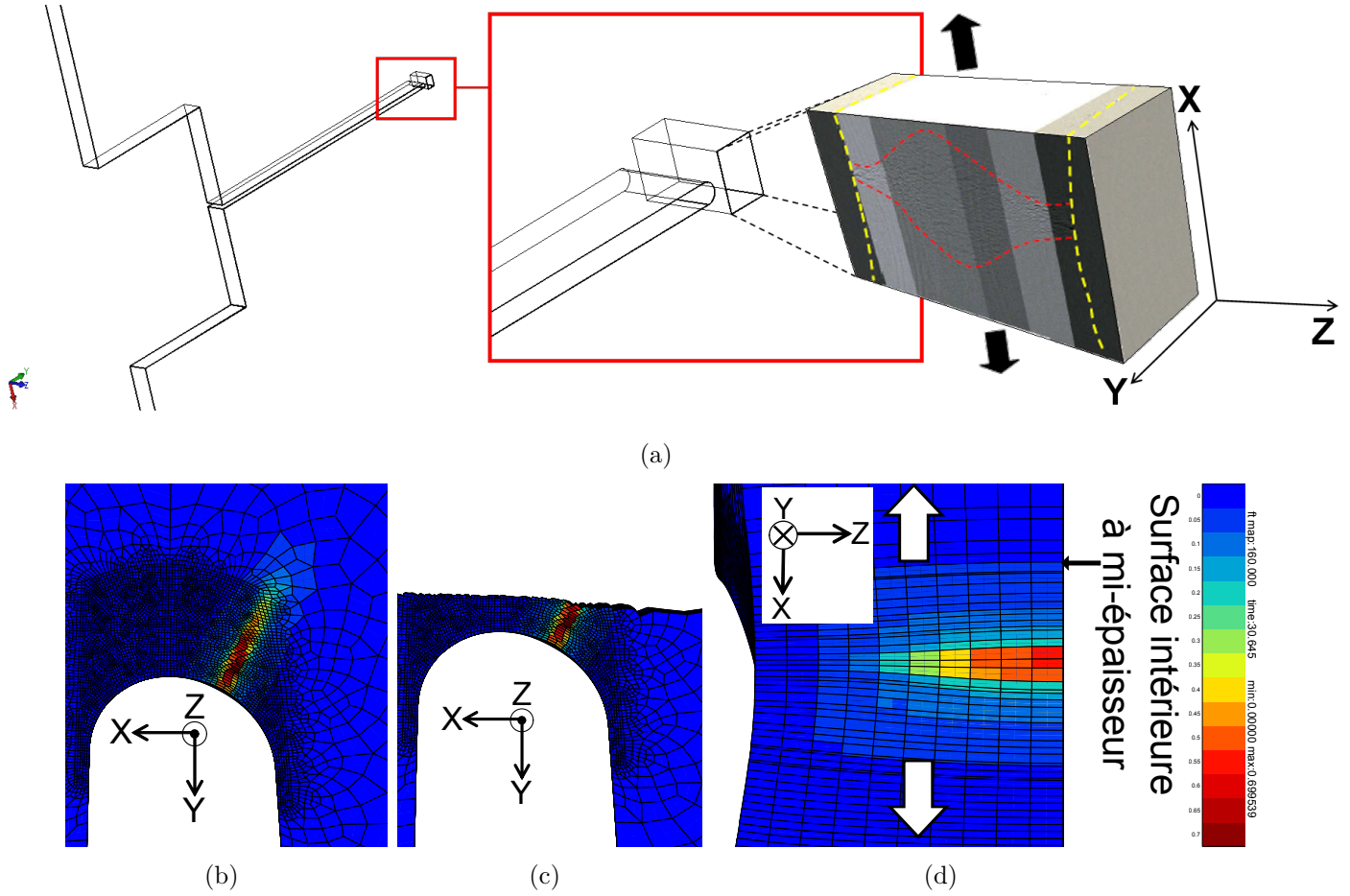


FIGURE IV.32 – Comparaison des distributions expérimentale et simulée de l'endommagement au sein de l'éprouvette CT : (a) : Distribution transversale de l'endommagement observée expérimentalement par un essai in-situ en laminographie synchrotron ; (b,c,d) : Mise en évidence de la distribution transversale de l'endommagement prévue par la simulation de l'essai in-situ à partir du modèle GTN ($q_2=1,75$ et $f_c=0,7$).

termes d'ouverture d'entaille imposée à l'amorçage de la fissure à mi-épaisseur. En effet la figure IV.34(b) révèle que l'ouverture d'entaille imposée est d'environ 1,09 mm. En comparaison avec le maillage «libre», l'amorçage était intervenu quasiment au même instant à 1,02 mm de déplacement imposé soit un écart très faible de $70 \mu\text{m}$ entre les deux types de maillage. Concernant la position du point d'amorçage par rapport au fond d'entaille, le maillage «réglé» prévoit une distance d'environ $58 \mu\text{m}$ tandis que la distance mesurée sur le maillage «libre» est de $38 \mu\text{m}$. La différence entre les deux maillages sur cette caractéristique est donc également jugée comme étant relativement faible.

La différence est en revanche plus marquée lorsque l'on compare les vitesses de propagation de fissure sur le plan (x,y). Ainsi on mesure d'après la juxtaposition des images de la figure IV.35 l'évolution de la longueur de la fissure en fonction du temps au sein du maillage «réglé» puis on trace dans le graphe de la figure IV.36 les résultats obtenus pour les deux types de

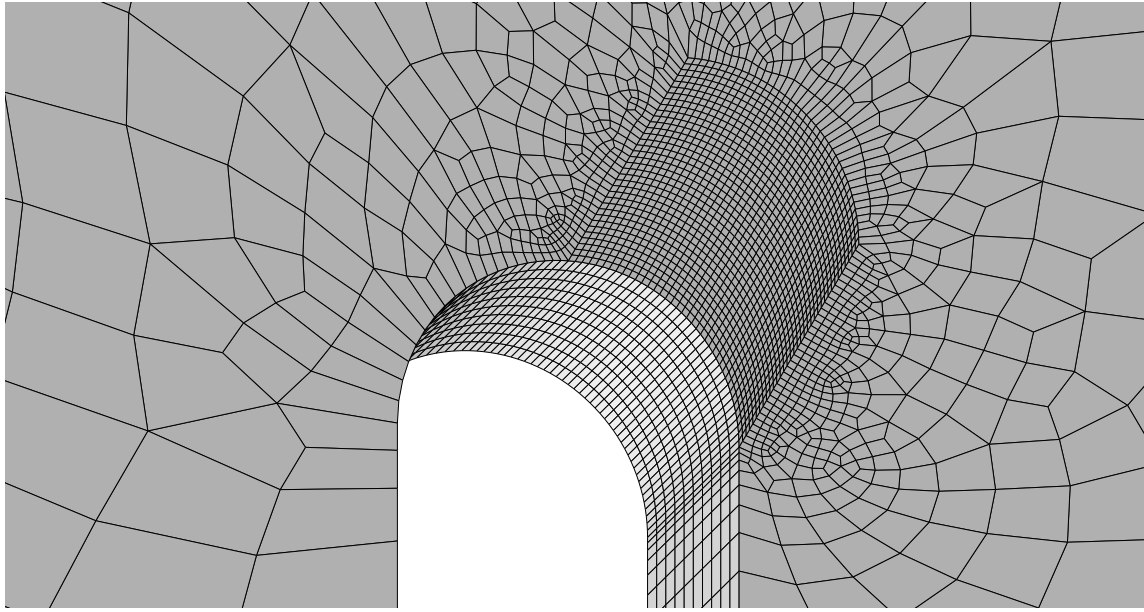


FIGURE IV.33 – Vue en perspective du maillage «réglé» de l'éprouvette CT constitué d'éléments de taille $10\ \mu\text{m}$ dans le plan (x,y).

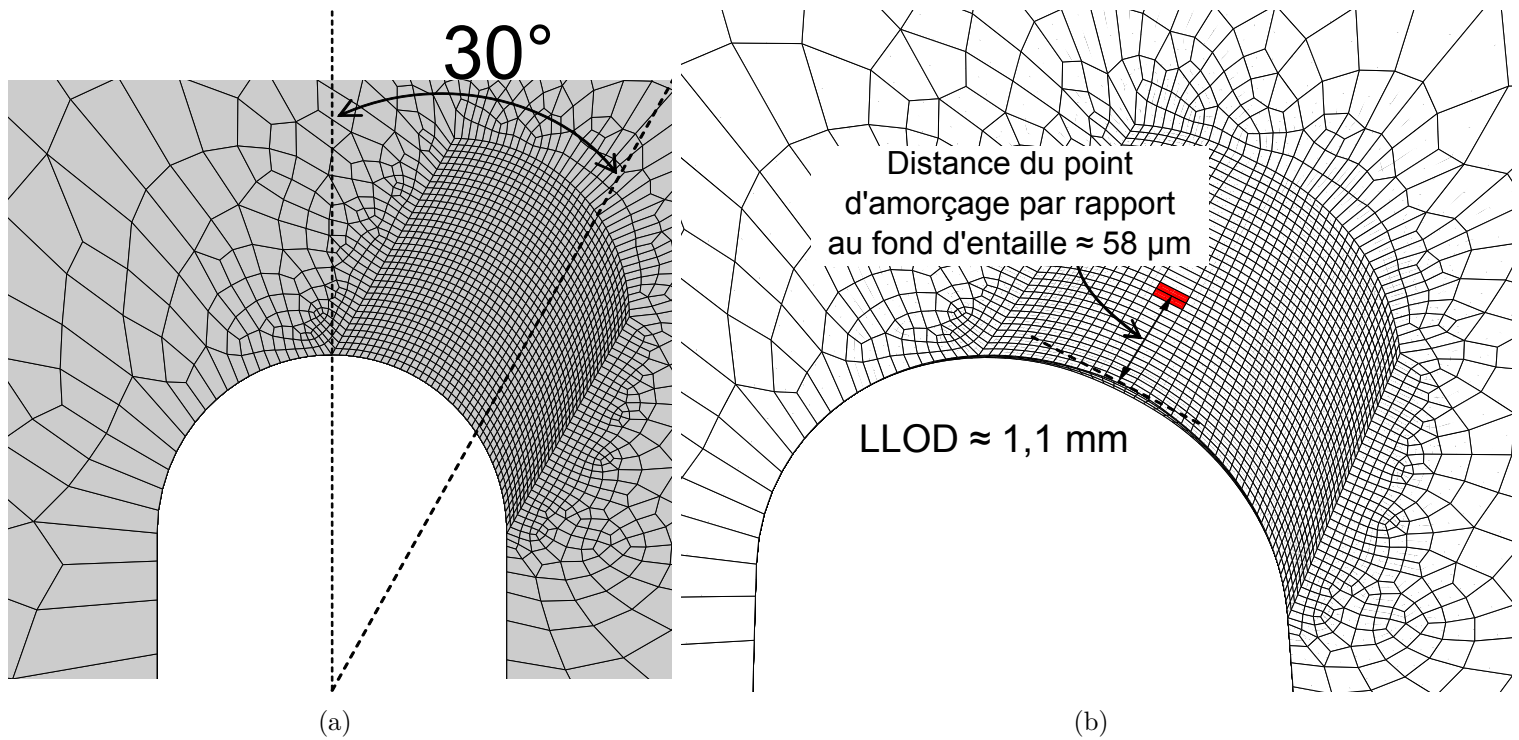


FIGURE IV.34 – (a) : Vue de face du maillage «réglé» de l'éprouvette CT constitué d'éléments de taille $10\ \mu\text{m}$ dans le plan (x,y) ; (b) : Mise en évidence du point d'amorçage constaté sur le maillage $10\ \mu\text{m}$ et mesure de la distance de ce point par rapport au fond d'entaille.

maillage.

Ainsi les résultats montrent que l'écart en terme de vitesses de propagation de fissure est

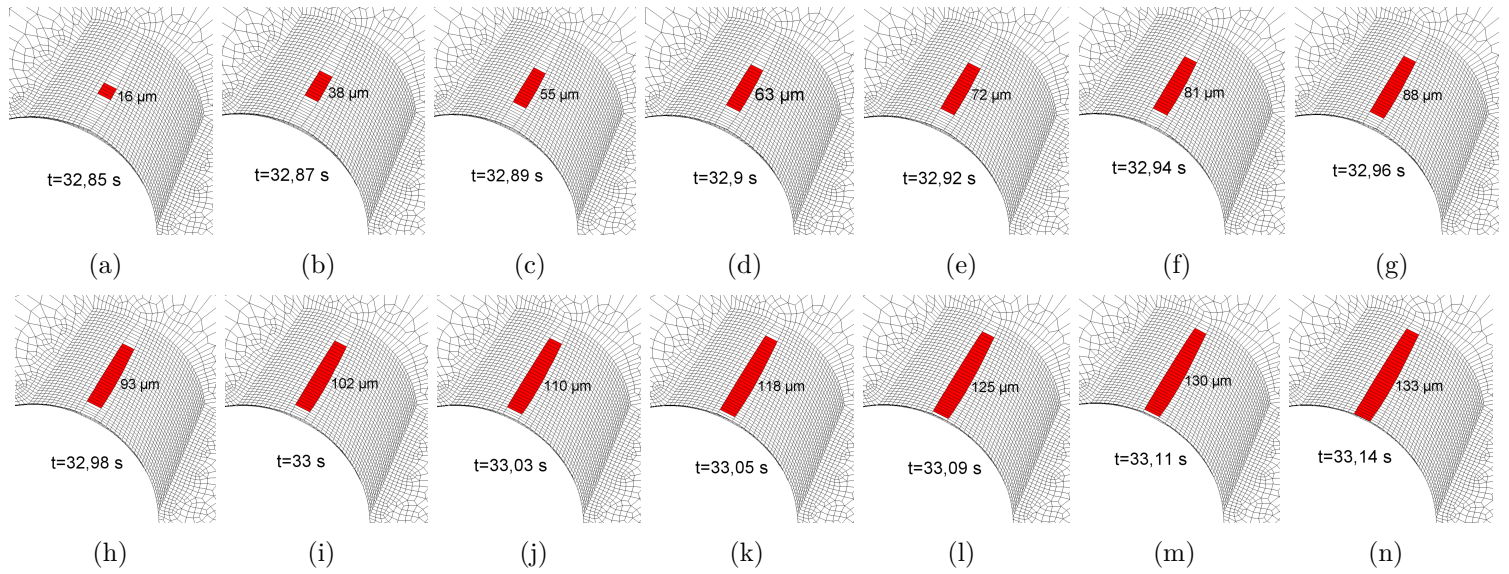


FIGURE IV.35 – Juxtaposition image par image de la propagation de la fissure sur l'éprouvette CT en considérant dans le plan longitudinal un maillage «réglé» de taille d'élément de 10 μm .

élevé, la fissure au sein du maillage «réglé» se propageant environ trois fois plus rapidement qu'au sein du maillage «libre».

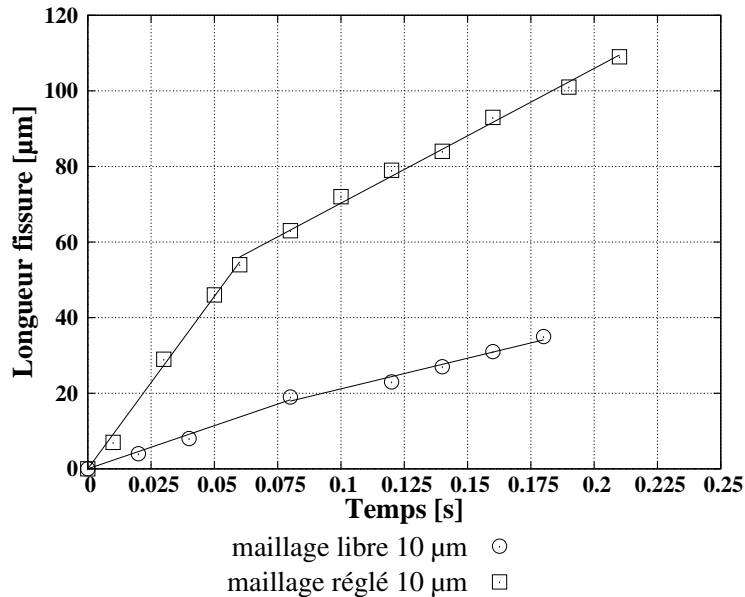


FIGURE IV.36 – Évolution de la longueur de la fissure en fonction du temps pour deux maillages «libre» et «réglé» constitués d'éléments de taille 10 μm et en considérant un taux de porosité critique f_c égal à 70%.

B.II.2.3 Identification du paramètre q_1

Il s'agit à présent de faire varier le taux de porosité critique f_c afin de corréliser notamment l'ouverture d'entaille imposée expérimentale considérée comme étant celle de l'amorçage de la fissure. On choisit d'effectuer les différents calculs à partir du même type de maillage «réglé» que celui présenté au cours du paragraphe précédent. Précisons que la taille d'éléments est choisie en anticipant sur le calcul d'application industrielle lié au procédé de vissage-taraudage présenté à la fin de ce chapitre. Ainsi on verra au moment de la présentation de la géométrie de la structure que la taille minimale d'éléments requise est de $5\ \mu\text{m}$. On considère donc lors de cette dernière phase d'identification le maillage des figures IV.37(a) et IV.37(b) dont les éléments dans la zone de propagation présentent une taille de $5\ \mu\text{m}$ dans le plan (x,y).

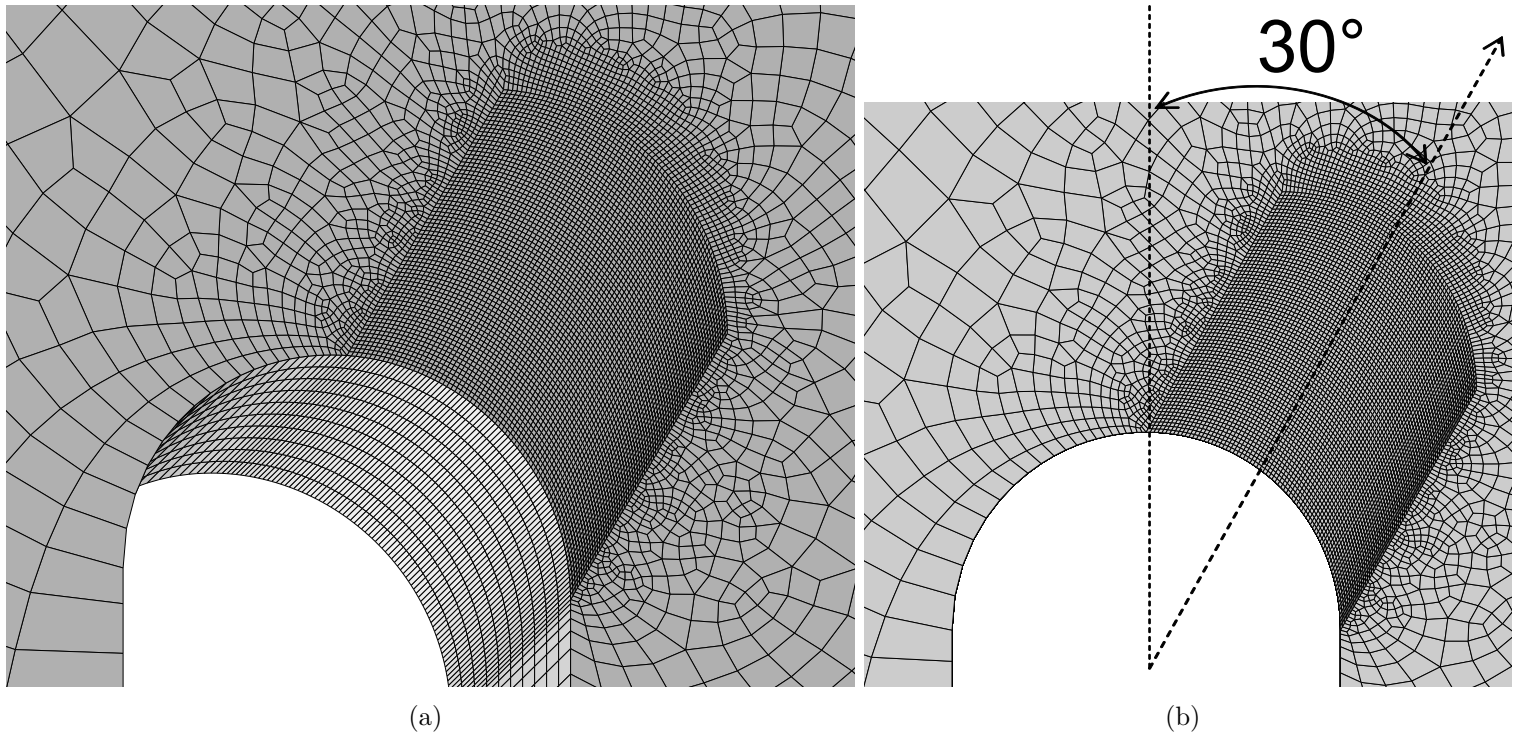


FIGURE IV.37 – (a) : Vue en perspective du maillage «réglé» de l'éprouvette CT constitué d'éléments de taille $5\ \mu\text{m}$ dans le plan (x,y) ; (b) : Vue de face du maillage «réglé» de l'éprouvette CT constitué d'éléments de taille $5\ \mu\text{m}$ dans le plan (x,y).

On choisit par ailleurs de ne présenter qu'une partie des résultats d'identification obtenus, à savoir ceux des simulations menées à partir des valeurs de taux de porosité critique 60% ; 65% ; 70% ; 75% et 80%. Ainsi on constate tout d'abord sur la figure IV.38 qu'un taux de porosité critique de 65% engendre l'amorçage de la fissure à environ 1,04 mm. Notons que cette valeur de déplacement est très proche de celle où l'amorçage est constaté sur l'image obtenue en laminographie synchrotron sur la figure IV.28.

Il est également intéressant d'analyser l'influence du taux de porosité critique sur la vitesse

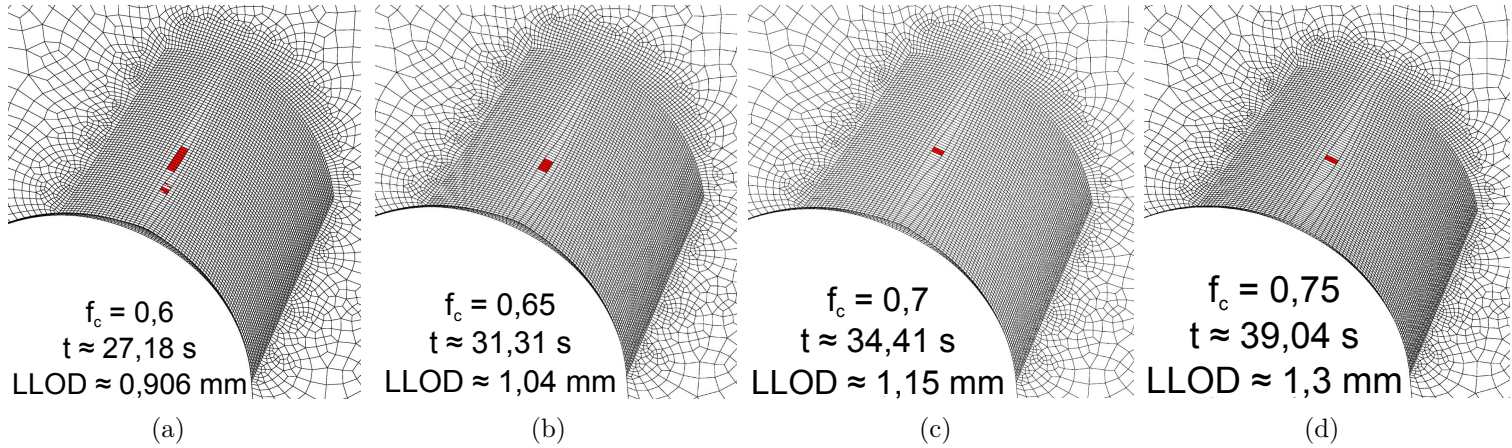


FIGURE IV.38 – Influence du taux de porosité critique sur l'instant d'amorçage.

de propagation de la fissure. Pour ce faire on commence par arrêter chaque calcul au moment où la fissure atteint l'interface entre le domaine de maillage «réglé» et le domaine «libre» comme indiqué sur la figure IV.39. On sait en effet qu'à cet instant la longueur de la fissure vaut environ $180 \mu\text{m}$ et il est alors possible connaissant l'instant d'amorçage de comparer pour chaque valeur explorée de f_c la vitesse de propagation de la fissure. On voit donc que la vitesse diminue très sensiblement à mesure que f_c augmente, celle-ci diminuant notamment d'environ 76% lorsque f_c passe de 0,6 à 0,65. Notons que la vitesse de propagation de la fissure n'a pu être mesurée expérimentalement étant donné qu'une seule observation a pu être exploitée. Par conséquent aucune corrélation ne peut être réalisée de ce point de vue. A noter que dans le cas contraire on aurait opté pour l'utilisation et le paramétrage de la fonction bilinéaire f^* de la figure IV.3, fonction qui on le rappelle est en mesure de piloter la vitesse de propagation de la fissure.

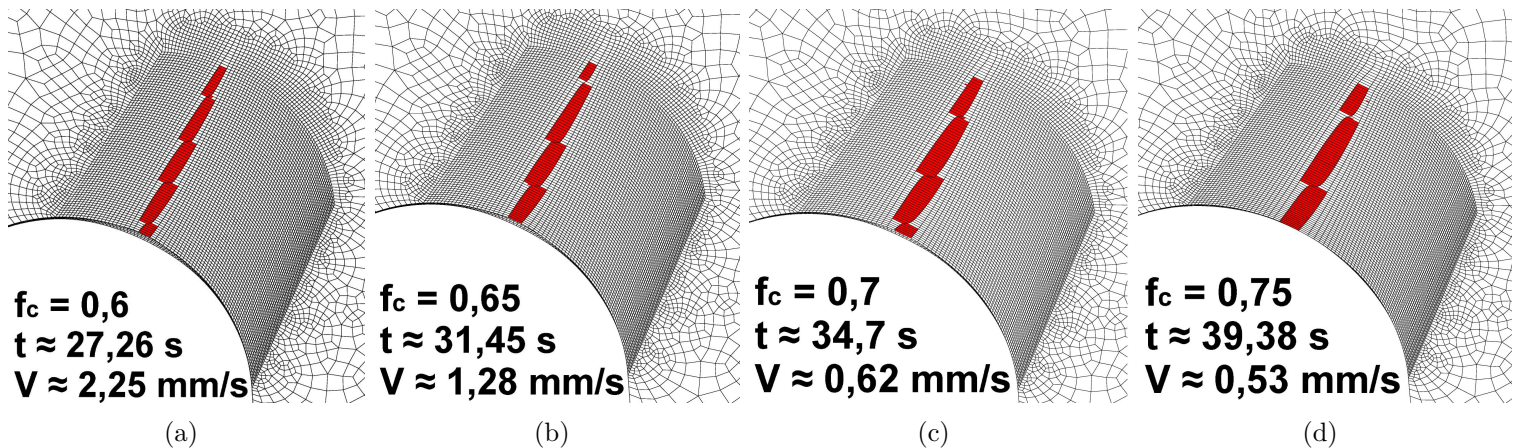


FIGURE IV.39 – Influence du taux de porosité critique sur la vitesse de propagation de la fissure.

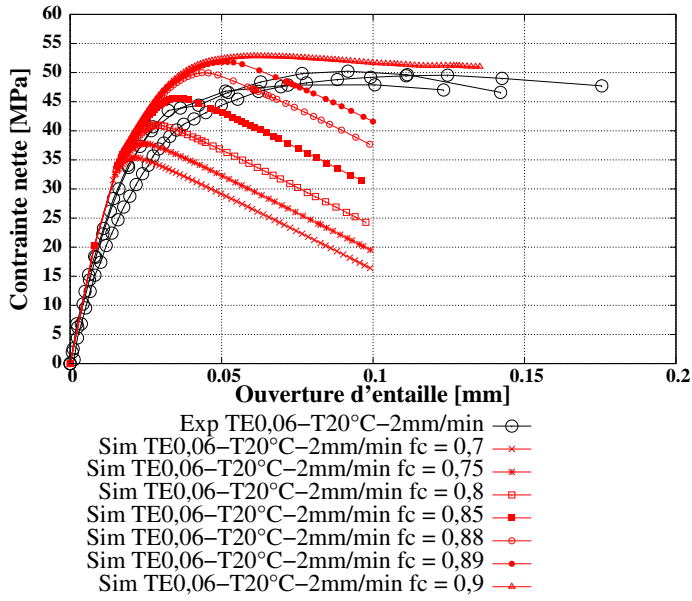
Ainsi l'on conclut sur ce paragraphe en choisissant comme valeur de taux de porosité critique $f_c \approx 0,65$, valeur jugée la plus représentative de la réalité expérimentale.

B.II.2.4 Influence du taux de porosité critique f_c sur le comportement à rupture des éprouvettes axisymétriques entaillées TE1 et TE0,06 à 20°C

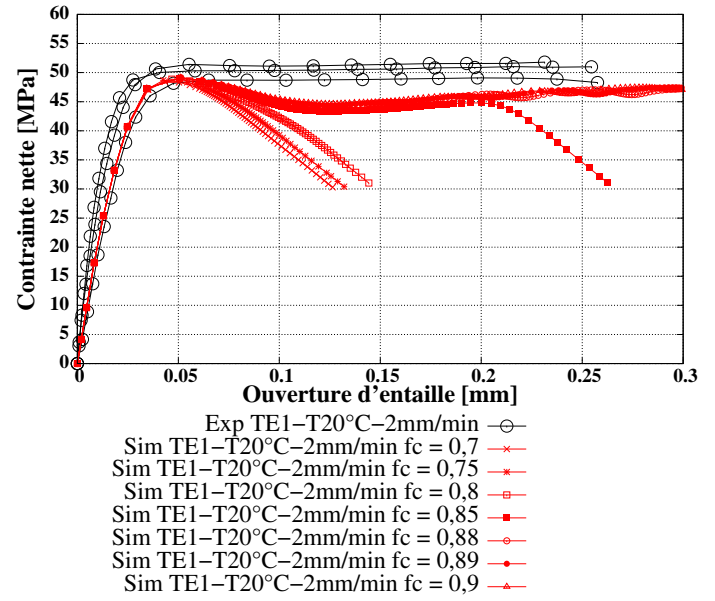
Au cours de cette étude on a donc fait le choix d'identifier le taux de porosité critique f_c en s'appuyant uniquement sur les résultats de l'essai in-situ en laminographie synchrotron réalisés à partir d'une éprouvette CT. Les essais conduits sur les éprouvettes axisymétriques entaillées TE1 et TE0,06 conduits à 20°C n'ont donc pas été inclus dans la boucle d'optimisation du coefficient f_c . On précise que ce choix fait suite à une étude, menée au début du travail d'optimisation de la porosité critique, dont l'objectif était d'analyser l'influence de ce paramètre sur le comportement à la rupture des trois géométries d'éprouvettes CT, TE1 et TE0,06 à 20°C. Cette étude avait principalement montré une grande difficulté à trouver une valeur de f_c qui satisfasse l'ensemble des essais réalisés. Ainsi comme indiqué tout d'abord sur la figure IV.40(a), la valeur de f_c identifiée sur l'éprouvette CT (65%), est jugée trop sévère sur l'éprouvette TE0,06 puisque l'amorçage de la rupture est beaucoup trop précoce. On constate en effet qu'en considérant un taux de porosité critique de 70%, l'ouverture d'entaille à la rupture prévue par la simulation est d'environ 0,025 mm, soit une valeur très inférieure à l'ouverture d'entaille à la rupture mesurée expérimentalement ($\approx 0,15$ mm). On fait par ailleurs le même constat sur l'éprouvette TE1 (cf. figure IV.40(b), l'écart entre la simulation et l'expérience en prenant $f_c=70\%$ étant tout aussi important.

Les deux graphes précédents montrent également que sur l'éprouvette TE0,06 un f_c de 89% est encore jugée trop faible tandis qu'un f_c de 90% est considéré comme étant trop élevé. Ceci implique que d'une part la sensibilité de ce paramètre vis-à-vis du comportement à la rupture est importante et que d'autre part la valeur de f_c la plus appropriée sur cette géométrie est d'environ 89,5% soit très éloignée de celle identifiée sur l'éprouvette CT. Concernant l'éprouvette TE1, on constate aussi une sensibilité élevée de f_c sachant que la valeur la plus adaptée sur cette géométrie est d'environ 85%. Notons que la série de calculs sur éprouvettes CT menée en balayant une gamme de taux de porosité critique comprise entre 60% et 90% montrent notamment que l'amorçage de la fissure intervient à un instant du chargement jugé trop tardif et donc peu représentatif de la réalité expérimentale lorsque f_c est supérieur à 80%. Ainsi on comprend que dans ces conditions il est très difficile de trouver pour le paramètre f_c un compromis satisfaisant les trois géométries d'éprouvette.

On tente d'expliquer cette difficulté en traçant tout d'abord sur la figure IV.41 l'évolution du taux de triaxialité des contraintes pour plusieurs valeurs d'ouverture d'entaille, en fonction d'une part de la position radiale normalisée sur les éprouvettes TE0,06 (figure IV.41(a)) et TE1 (figure IV.41(b)), et d'autre part en fonction de la position normalisée sur le ligament pour l'éprouvette CT (cf. schéma sur la figure IV.41(c)). Ainsi on constate que le domaine de taux de triaxialité des contraintes est compris entre 0,2 et 2,2 sur l'éprouvette TE0,06, entre



(a)



(b)

FIGURE IV.40 – (a) : Courbes contrainte nette-ouverture d’entaille expérimentales et simulées sur l’éprouvette TE0,06 à 2 mm/min, à 20°C et pour plusieurs valeurs de taux de porosité critique f_c ; (b) : Courbes contrainte nette-ouverture d’entaille expérimentales et simulées sur l’éprouvette T1 à 2 mm/min, à 20°C et pour plusieurs valeurs de taux de porosité critique f_c .

0,4 et 0,8 sur l’éprouvette TE1 et entre 0,4 et 0,7 sur l’éprouvette CT. Ces domaines montrent que la triaxialité sur l’éprouvette TE0,06 atteint des valeurs beaucoup plus élevées que sur les deux autres structures, celle atteinte sur l’éprouvette CT étant légèrement inférieure à celle sur l’éprouvette TE1. On voit donc que la difficulté à trouver un compromis sur f_c s’explique probablement par le fait que le modèle surestime la vitesse d’endommagement aux forts taux de triaxialité.

On peut faire le même constat lorsque l’on s’intéresse aux évolutions de la déformation plastique principale maximale p_1 . En effet, on voit sur la figure IV.42 que p_1 est également plus élevée sur l’éprouvette TE0,06. Notons que l’une des solutions pouvant résoudre ce problème est d’associer au paramètre d’endommagement q_2 une fonction telle que celle présentée au début de ce chapitre (cf. l’équation (IV.23)), fonction qui on le rappelle avait été utilisée par Boisot [Boisot et al., 2011] afin de ralentir la croissance des cavités au delà d’une certaine valeur de déformation plastique principale. On est ainsi en mesure grâce à cette fonction de tempérer la vitesse d’endommagement sur l’éprouvette TE0,06 en faisant chuter progressivement la valeur de q_2 au fur et à mesure de l’augmentation de p_1 , permettant de ce fait de retarder l’amorçage de la rupture pour une valeur de f_c donnée. On a ainsi fait le choix au cours de cette étude de ne pas employer cette fonction étant donné que la chute du paramètre q_2 au cours du

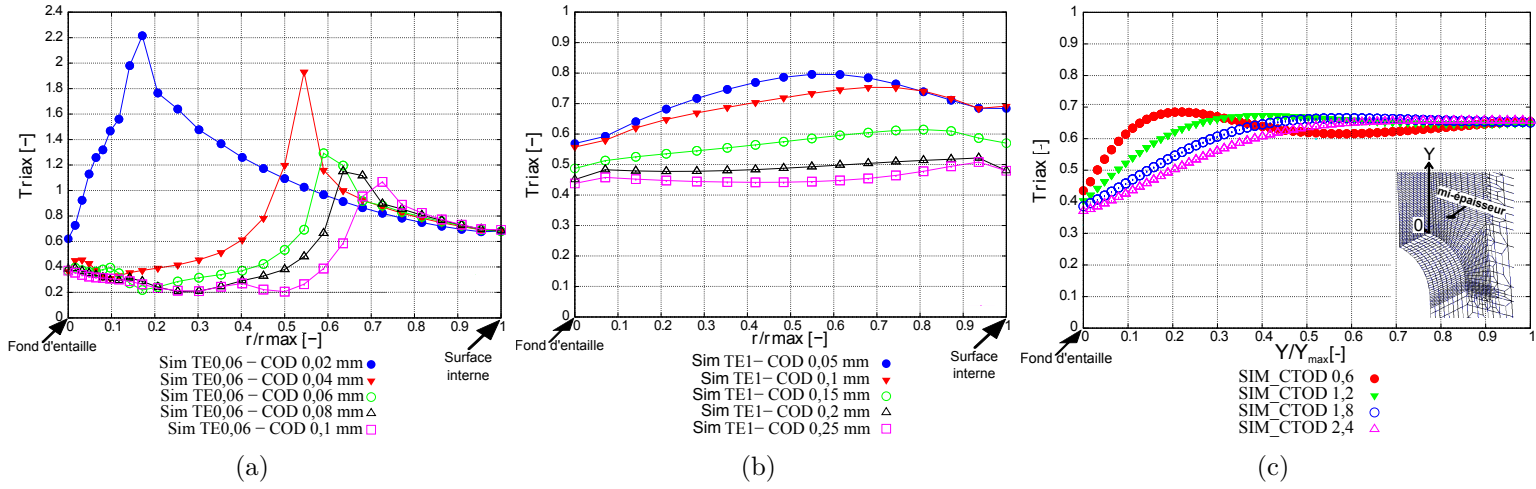


FIGURE IV.41 – (a) : Évolutions radiales normalisées du taux de triaxialité des contraintes sur l'éprouvette TE1 pour plusieurs valeurs d'ouverture d'entaille ($r_{max} = 0,75$ mm); (b) : Évolutions radiales normalisées du taux de triaxialité des contraintes sur l'éprouvette TE0,06 pour plusieurs valeurs d'ouverture d'entaille ($r_{max} = 0,75$ mm); (c) : Évolutions du taux de triaxialité des contraintes sur l'éprouvette CT en fonction de la position normalisée sur le ligament pour plusieurs valeurs d'ouverture d'entaille (conditions limites du calcul simplifiées en considérant un chargement symétrique) ($Y_{max} = 0,7$ mm).

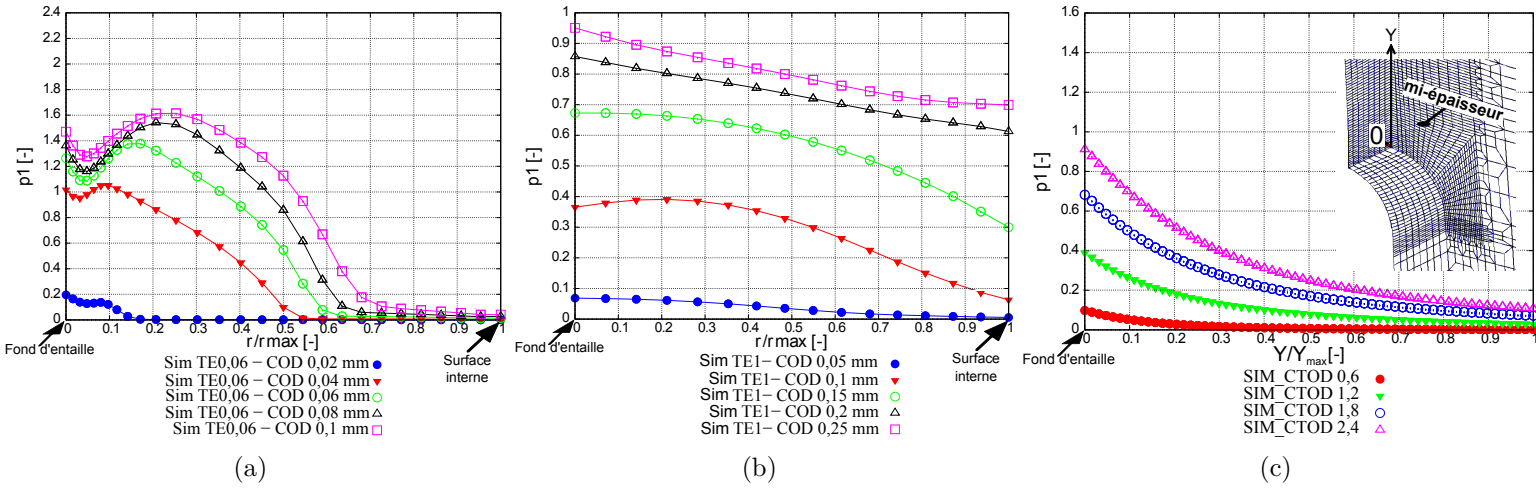


FIGURE IV.42 – (a) : Évolutions radiales normalisées de la déformation plastique principale p_1 sur l'éprouvette TE1 pour plusieurs valeurs d'ouverture d'entaille ($r_{max} = 0,75$ mm); (b) : Évolutions radiales normalisées de la déformation plastique principale p_1 sur l'éprouvette TE0,06 pour plusieurs valeurs d'ouverture d'entaille ($r_{max} = 0,75$ mm); (c) : Évolutions de la déformation plastique principale p_1 sur l'éprouvette CT en fonction de la position normalisée sur le ligament pour plusieurs valeurs d'ouverture d'entaille (conditions limites du calcul simplifiées en considérant un chargement symétrique) ($Y_{max} = 0,7$ mm).

chargement, induite par la fonction arctangente, avait engendrée une perte de représentativité expérimentale significative sur les distributions de taux de porosité simulées sur l'éprouvette

TE0,06. On montre effectivement au cours de ce chapitre que la valeur de q_2 influence directement l'évolution de la distribution spatiale de l'endommagement au cours du chargement. Ainsi la délocalisation du maximum de taux de porosité observée expérimentalement ne se produit quasiment plus au calcul en dessous d'une valeur de q_2 égale à 1,25. Un meilleur compromis sur le paramètre f_c induit de ce fait un coût sur la prévision de l'endommagement à l'échelle locale, coût que l'on a jugé trop important. On note cependant que ce coût peut potentiellement être réduit suffisamment en identifiant plus finement les coefficients de la fonction. L'emploi d'une telle fonction constitue donc une perspective d'amélioration de la simulation. Pour conclure, la stratégie employée dans le cadre de cette étude a donc été d'identifier le taux de porosité critique f_c en s'appuyant uniquement sur les résultats de l'essai in-situ en laminographie synchrotron afin de rester «conservatif» en termes de dimensionnement de structure, la prévision d'une rupture précoce étant préférable à celle d'une rupture tardive.

B.III Récapitulatif des paramètres du modèle GTN

Le tableau IV.7 récapitule l'ensemble des paramètres du modèle GTN identifiés aux trois températures explorées. On voit que le choix a été de considérer des paramètres d'endommagement q_2 et f_c dépendant de la température. Précisons que la question de l'influence de la température sur l'évolution de l'endommagement n'a pas été traitée de façon expérimentale au cours de cette étude. Notons que, tout comme à la température ambiante, la démarche aurait été d'effectuer des observations en tomographie synchrotron sur des éprouvettes entaillées interrompues ayant été exposées durant le chargement aux températures 60°C et 85°C. Ainsi l'analyse des images tomographiques aurait notamment permis de répondre concrètement à une question que l'on juge centrale, étant donné qu'elle reflète directement la représentativité des résultats numériques en termes de prévision de l'évolution de la distribution radiale de l'endommagement au cours du chargement. Aurions-nous constaté un effet d'entaille de même nature sur l'éprouvette TE0,06 avec l'augmentation de la température ?

Rappelons que Lafarge [Lafarge, 2004], lors d'une étude de modélisation du comportement d'un grade de PVDF en utilisant le modèle GTN, a étudié l'évolution de l'endommagement dans une plage de températures comprise entre -50°C et 20°C. Cet auteur a constaté que le blanchiment sur des éprouvettes entaillées devient de moins en moins visible à mesure que la température diminue. Ce phénomène est expliqué par une difficulté croissante des chaînes amorphes à se désenchevêtrer à mesure que la température diminue. Il est également montré lors de cette étude que lorsque la température chute on constate que la déformation se localise dans une zone d'épaisseur d'éprouvette plus faible. Ce confinement plus important de la déformation indique une croissance locale plus rapide des cavités. Finalement l'auteur constate une augmentation plus rapide du volume d'une éprouvette lisse sollicitée en traction à -10°C qu'une même éprouvette sollicitée à 20°C et explique en partie ce constat par le confinement plus important de la

déformation à -10°C . Notons que le choix en termes de modélisation de l'endommagement par le modèle GTN avait alors été de considérer une augmentation de q_2 lorsque la température diminue (1,55 à 20°C , 1,65 à -10°C et finalement 1,85 à -50°C) de façon à prendre en compte la croissance accélérée des cavités. Ainsi dans le cas où un ralentissement de la croissance des porosités avec l'augmentation de la température serait effectivement confirmé sur le POM, on constaterait probablement dans le même temps que l'effet d'entaille est similaire quelle que soit la température mais que celui-ci apparaît de plus en plus tardivement à mesure que la température croît. Autrement dit, si cette hypothèse est vérifiée, il convient de considérer aux températures 60°C et 85°C des distributions radiales d'endommagement identiques à celles mesurées à 20°C mais en supposant que celles-ci reflètent l'état du matériau à des niveaux de déformation supérieurs. La stratégie d'identification des paramètres d'endommagement à 60°C et 85°C a ainsi consisté à agir tout d'abord sur le paramètre q_2 qui on le rappelle influence directement la localisation de l'endommagement. Notons que la solution consistant simplement à propager la valeur de q_2 de la température ambiante égale à 1,75 aux deux autres températures explorées ne garantit pas la conservation de l'effet d'entaille étant donné que l'on a constaté que les paramètres de rhéodurcissement A et B , qui comme indiqué sur le tableau IV.7 varient de façon importante, peuvent modifier significativement la localisation de l'endommagement. La démarche a donc été d'identifier le paramètre q_2 à 60°C et 85°C en suivant la même stratégie d'optimisation que celle empruntée pour l'optimisation à 20°C . Comme on peut le voir sur la figure IV.43, on choisit de prendre comme référence les profils d'endommagement simulés à 20°C et non les profils expérimentaux. Il s'agit ainsi de recaler la valeur de q_2 de sorte que l'écart entre les profils soit le plus faible possible.

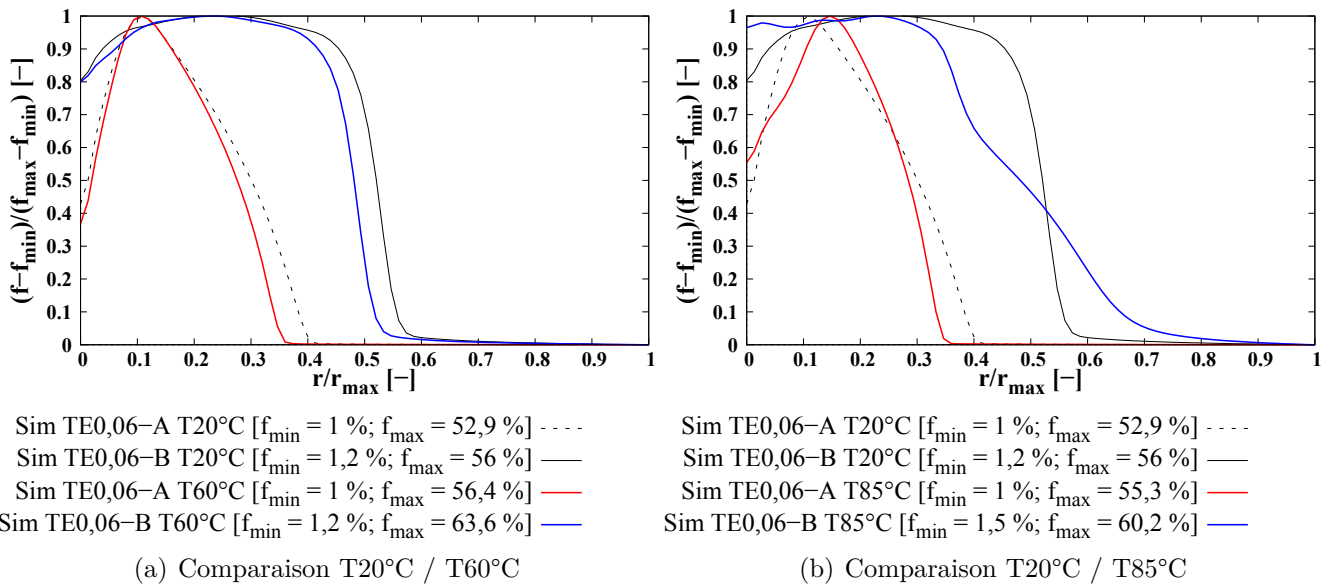


FIGURE IV.43 – Évolution de la distribution radiale normalisée de l'endommagement prévue par la simulation pour l'éprouvette TE0,06.

T [°C]	Ouverture d'entaille à la rupture moyenne [mm]	COD-TE0,06-A [mm]	COD-TE0,06-B [mm]
20	0,136	0,03	0,07
60	0,174	0,04	0,09
85	0,279	0,06	0,14

TABLE IV.6 – Tableau récapitulatif des instants d'interruption considérés à chaque température pour le tracé des profils d'endommagement.

Rappelons que les profils à 20°C sont tracés en arrêtant le calcul aux instants d'interruption expérimentaux correspondants à 0,03 mm d'ouverture d'entaille pour l'échantillon interrompu TE0,06-A et 0,07 mm pour le TE0,06-B (cf. figure IV.19). Étant donné l'hypothèse selon laquelle l'endommagement est plus lent à chaud, on choisit de pondérer les instants d'interruption pour le tracé des profils simulés à 60°C et 85°C de façon proportionnelle à l'augmentation de l'ouverture d'entaille à la rupture. À noter que cette extrapolation des instants d'interruption se base, pour chaque température concernée, sur la moyenne des essais expérimentaux (ouverture d'entaille à la rupture moyenne), dont les courbes globales contrainte nette-ouverture d'entaille expérimentales des trois températures explorées sont superposées sur la figure II.32(b). Ainsi par exemple à la température de 60°C, le poids considéré est de $0,174/0,136 \approx 1,28$. On suppose donc que la distribution radiale de l'endommagement au sein de l'éprouvette TE0,06 à $0,03 \times 1,28 \approx 0,04$ mm d'ouverture d'entaille est identique à celle observée à 20°C et à 0,03 mm d'ouverture d'entaille. Concernant la température 85°C, le poids appliqué est de $0,279/0,136 \approx 2,05$ ce qui implique que les ouvertures d'entaille prises comme références pour la comparaison des profils sont respectivement de $0,03 \times 2,05 \approx 0,06$ mm et de $0,07 \times 2,05 \approx 0,14$ mm.

Il est également important de préciser que, tout comme à 20°C, les identifications de q_2 aux températures 60°C et 85°C sont effectuées en fixant le taux de porosité critique f_c à 100%. Comme déjà évoqué au cours de l'optimisation de q_2 à la température ambiante, on constate que le paramètre f_c influence fortement la valeur du taux de porosité mais peu la distribution de celui-ci. La stratégie est donc d'identifier dans un premier temps q_2 pour f_c égal à 100% puis de diminuer progressivement f_c jusqu'à la valeur jugée la plus représentative.

Ainsi comme l'indique le tableau IV.7 on constate qu'une diminution de la valeur de q_2 est nécessaire pour pouvoir conserver sur l'éprouvette TE0,06 un effet d'entaille comparable à celui observé à 20°C et apparaissant de plus en plus lentement à mesure que la température augmente.

Concernant le deuxième paramètre d'endommagement qu'est la porosité critique f_c , celui-ci a été identifié aux températures 60°C et 85°C en considérant qu'il augmente proportionnellement à l'augmentation de l'ouverture d'entaille à la rupture moyenne évoquée juste avant. Ainsi on rappelle qu'à 20°C une valeur de f_c égale à 65% provoque une rupture à une ouverture d'entaille d'environ 0,025 mm sur la courbe globale contrainte nette-ouverture d'entaille (cf. figure

T [°C]	E [MPa]	ν [-]	R_0 [MPa]	Q [MPa]	b [-]	A [MPa]	B [-]	K [MPa.s]	n [-]	$f_c=1/q_1$ [-]	q_2 [-]
20	2386	0,38	15	25	211	11,5	1,8	8	2	0,65	1,75
60	1300	0,38	6	25	211	11,5	1,3	8	2	0,8	1,65
85	600	0,38	5	14	211	100	0,19	4	2	0,9	1,6

TABLE IV.7 – Tableau récapitulatif des paramètres du modèle GTN pour les trois températures explorées.

IV.40(a)). On considère alors que la rupture à 60°C doit intervenir un peu plus tardivement à $0,025 \times 1,28 \approx 0,03$ mm d'ouverture d'entaille tandis que l'on suppose que celle à 85°C s'amorce encore plus tardivement à $0,025 \times 2,05 \approx 0,05$ mm. Les valeurs de f_c indiquées dans le tableau IV.7 pour les températures 60°C et 85°C ont donc été identifiées de telle sorte que la rupture intervienne à ces deux valeurs d'ouvertures d'entaille extrapolées.

Conclusion

La première partie de ce quatrième chapitre avait pour vocation à présenter le travail d'optimisation des coefficients du modèle GTN. Ce travail s'est appuyé sur une stratégie d'identification élaborée en fonction de la base expérimentale précédemment décrite dans ce mémoire. Il s'agissait dans un premier temps d'exploiter les essais de traction monotones conduits à 2 mm/min et à 20°C sur les éprouvettes tubulaires lisses. L'exploitation de ces essais a permis de réaliser une identification préliminaire des paramètres élastoplastiques en utilisant une méthode d'optimisation dite classique, c'est à dire en considérant les éprouvettes comme étant de type «élément de volume», ainsi qu'un algorithme de type Levenberg Marquardt. La deuxième étape du travail d'identification consistait à optimiser les paramètres du modèle régissant le comportement mécanique du matériau (élasticité, plasticité, viscosité, rhéodurcissement). Pour y parvenir, une méthode d'optimisation inverse a été employée. Ainsi les essais réalisés sur les éprouvettes tubulaires entaillées ont tout d'abord été modélisés d'une part en maillant les deux géométries d'entaille de rayons 1 mm et 0,06 mm et d'autre part en faisant en sorte que les conditions limites considérées au calcul soient le plus représentatif possible de la réalité expérimentale. A ce titre, les mors ont été représentés et un élément «ressort» a été intercalé entre les mors et le point d'application de la charge afin de synchroniser le déplacement de la traverse avec l'ouverture de l'entaille. Grâce à cette modélisation, les paramètres liés au comportement mécanique ont été raffinés pour certains et identifiés pour d'autres en simulant les essais sur éprouvettes TE1 et TE0,06 à chaque incrément d'optimisation. Cette opération a été répétée à chaque température explorée (20°C, 60°C et 85°C) de façon à construire une table de coefficients reflétant l'évolution du comportement mécanique avec l'augmentation de la température. La troisième étape avait pour objectif d'identifier les paramètres du modèle décrivant

l'évolution de l'endommagement au cours du chargement. Ainsi le premier paramètre q_2 a été optimisé en comparant à l'échelle locale les profils de taux de porosité prévus par la simulation avec ceux mesurés expérimentalement. Ainsi on a remarqué que l'augmentation du coefficient q_2 permettait de reproduire l'effet d'entaille constaté sur l'éprouvette TE0,06, à savoir un endommagement maximal localisé près du fond d'entaille ($r \approx 100 \mu\text{m}$; $Z=0$) qui peu à peu se déplace vers le centre de l'épaisseur de l'éprouvette tubulaire au cours du chargement ($r \approx 400 \mu\text{m}$; $Z=0$). Ainsi la valeur de q_2 a été jugée représentative notamment une fois l'écart minimal atteint entre l'expérience et la simulation sur la position radiale du taux de porosité maximal aux deux instants du chargement. L'identification du deuxième paramètre d'endommagement, c'est à dire le taux de porosité critique $f_c=1/q_1$, a été menée en modélisant puis en simulant l'essai in-situ en laminographie conduit sur une éprouvette CT. Les conditions limites du calcul ont été souhaitées le plus proche possible de celles de l'expérience, notamment en prenant en compte la dissymétrie du chargement ainsi que le contact entre la mâchoire de l'écarteur par où transitent les efforts et le bord de l'éprouvette CT sur lequel l'ouverture de l'entaille est imposée. Ainsi la valeur de f_c a été jugée représentative de la réalité expérimentale une fois la corrélation obtenue en ce qui concerne principalement la position ainsi que l'instant de l'amorçage de la fissure macroscopique. Le taux de porosité critique identifié à la température ambiante en suivant cette démarche est de 65%. Précisons que ne disposant pas de données expérimentales permettant de mettre en exergue l'évolution des mécanismes d'endommagement et de rupture en fonction de la température on a fait le choix de construire une dépendance des paramètres q_2 et f_c vis-à-vis de la température en s'appuyant sur l'hypothèse que l'effet d'entaille mesuré à 20°C sur l'éprouvette TE0,06 évolue de façon similaire quelle que soit la température mais de plus en plus lentement à mesure que celle-ci augmente.

Enfin, pour justifier la simplification de la démarche en optant pour une modélisation homogénéisée malgré l'hétérogénéité microstructurale constatée (peau - comète - coeur), nous tenons à souligner que la prise en compte du caractère multiphasé du matériau nécessiterait de déterminer tous les coefficients évoqués dans ce chapitre pour chaque phase.

Bibliographie

- [Abouaf et al., 1988] Abouaf, M., Chenot, J., Raison, G. and Bauduin, P. (1988). Finite element simulation of hot isostatic pressing of metal powders. *International Journal for Numerical Methods in Engineering* 25, 191–212.
- [Besson and Abouaf, 1992] Besson, J. and Abouaf, M. (1992). Rheology of Porous Alumina and Simulation of Hot Isostatic Pressing. *Journal of the American Ceramic Society* 75, 2165–2172.

- [Besson et al., 1998] Besson, J., Leriche, R., Foerch, R. and Cailletaud, G. (1998). Object-Oriented Programming Applied to the Finite Element Method Part II. Application to Material Behaviors. *Revue Européenne des Éléments* 7, 567–588.
- [Besson et al., 2001] Besson, J., Steglich, D. and Brocks, W. (2001). Modeling of crack growth in round bars and plane strain specimens. *International Journal of Solids and Structures* 38, 8259 – 8284.
- [Boisot, 2009] Boisot, G. (2009). Mécanismes et modélisation mécanique de la déformation, de l’endommagement et de la rupture du PolyAmide 11 pur et renforcé choc. PhD thesis, École Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [Boisot et al., 2011] Boisot, G., Laiarinandrasana, L., Besson, J., Fond, C. and Hochstetter, G. (2011). Experimental investigations and modeling of volume change induced by void growth in polyamide 11. *International journal of solids and structures* 48, 2642–2654.
- [Bourgeon, 2009] Bourgeon, L. (2009). Étude et modélisation des mécanismes d’endommagement en forge a froid. PhD thesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [Cayzac et al., 2013] Cayzac, H.-A., Saï, K. and Laiarinandrasana, L. (2013). Damage based constitutive relationships in semi-crystalline polymer by using multi-mechanisms model. *International Journal of Plasticity* .
- [Estevez et al., 2005] Estevez, R., Basu, S. and Van der Giessen, E. (2005). Analysis of temperature effects near mode I cracks in glassy polymers. *International Journal of Fracture* 132, 249–273.
- [Estevez et al., 2000] Estevez, R., Tijssens, M. and Van der Giessen, E. (2000). Modeling of the competition between shear yielding and crazing in glassy polymers. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 48, 2585 – 2617.
- [Favrot et al., 1999] Favrot, N., Besson, J., Colin, C. and Delannay, F. (1999). Cold Compaction and Solid-State Sintering of WC-Co-Based Structures : Experiments and Modeling. *Journal of the American Ceramic Society* 82, 1153–1161.
- [Ghorbel, 2008] Ghorbel, E. (2008). A viscoplastic constitutive model for polymeric materials. *International Journal of Plasticity* 24, 2032 – 2058.
- [Gras, 2008] Gras, R. (2008). Tribologie : Principes et solutions industrielles.
- [Green, 1972] Green, R. (1972). A plasticity theory for porous solids. *International Journal of Mechanical Sciences* 14, 215 – 224.
- [Guo, 2013] Guo, S. (2013). Modélisation et simulation 3D de la rupture des polymères amorphes. PhD thesis, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon.
- [Gurson, 1977] Gurson, A. L. (1977). Continuum theory of ductile rupture by void nucleation and growth : part 1 : yield criteria and flow rules for porous ductile media. *Journal of Engineering Materials and Technology-Transactions of the Asme* 99, 2–15.

- [Hamon, 2006] Hamon, F. (2006). Modélisation du comportement mécanique en fissuration d'alliages aéronautiques. PhD thesis, Docteur de l'École Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique.
- [Kausch, 1976] Kausch, H. (1976). Energy Considerations Relating to Crack Propagation in Thermoplastics. *Kunstst Ger Plast* 66, 538–544.
- [Lafarge, 2004] Lafarge, M. (2004). Modelisation couplée comportement endommagement et critères de rupture dans le domaine de la transition du pvdf. PhD thesis, École Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [Laiarinandrasana et al., 2013] Laiarinandrasana, L., Morgeneyer, T., Proudhon, H. and Helphen, L. (2013). Local approach of fracture on semi-crystalline polymers : Contribution of X-ray laminography technique. In 13th International Conference on Fracture June 16–21, 2013, Beijing, China.
- [Lemaître, 1985] Lemaître, J. (1985). A continuous damage mechanics model for ductile fracture. *Journal of Engineering Materials and Technology* 107, 83 – 89.
- [Lemaître and Chaboche, 2004] Lemaître, J. and Chaboche, J. (2004). Mécanique des matériaux solides.
- [Mariage, 2003] Mariage, J. (2003). Simulation numérique de l'endommagement ductile en formage de pièces massives. PhD thesis, Université de Technologie de Troyes.
- [McClintock, 1968] McClintock, F. (1968). Local criteria for ductile fracture. *International Journal of Fracture Mechanics* 4, 101–130.
- [Rice and Tracey, 1969] Rice, J. and Tracey, D. (1969). On the ductile enlargement of voids in triaxial stress fields. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 17, 201 – 217.
- [Rousselier, 1987] Rousselier, G. (1987). Ductile fracture models and their potential in local approach of fracture. *Nuclear Engineering and Design* 105, 97 – 111.
- [Saï, 2011] Saï, K. (2011). Multi-mechanism models : Present state and future trends. *International Journal of Plasticity* 27, 250 – 281.
- [Schofield and Wroth, 1968] Schofield, A. and Wroth, P. (1968). Critical state soil mechanics. McGraw-Hill.
- [Shima and Oyane, 1976] Shima, S. and Oyane, M. (1976). Plasticity theory for porous metals. *International Journal of Mechanical Sciences* 18, 285 – 291.
- [Tanguy, 2001] Tanguy, B. (2001). Modélisation de l'essai Charpy par l'approche locale de la rupture. Application au cas de l'acier 16MND5 dans le domaine de la transition. PhD thesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [Tvergaard, 1981] Tvergaard, V. (1981). Influence of voids on shear band instabilities under plane strain conditions. *International Journal of Fracture* 17, 389–407.

- [Tvergaard, 1982a] Tvergaard, V. (1982a). Influence of void nucleation on ductile shear fracture at a free surface. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 30, 399–425.
- [Tvergaard, 1982b] Tvergaard, V. (1982b). On localization in ductile materials containing spherical voids. *International Journal of Fracture* 18, 237–252.
- [Tvergaard and Needleman, 1984] Tvergaard, V. and Needleman, A. (1984). Analysis of the cup-cone fracture in a round tensile bar. *Acta Metallurgica* 32, 157 – 169.
- [Zaïri et al., 2008] Zaïri, F., Naït-Abdelaziz, M., Gloaguen, J. and Lefebvre, J. (2008). Modeling of the elasto-viscoplastic damage behaviour of glassy polymers. *International Journal of Plasticity* 24, 945 – 965.
- [Zaïri et al., 2011] Zaïri, F., Naït-Abdelaziz, M., Gloaguen, J. and Lefebvre, J. (2011). A physically-based constitutive model for anisotropic damage in rubber-toughened glassy polymers during finite deformation. *International Journal of Plasticity* 27, 25 – 51.
- [Zaïri et al., 2005] Zaïri, F., Naït-Abdelaziz, M., Woznica, K. and Gloaguen, J. (2005). Constitutive equations for the viscoplastic-damage behaviour of a rubber-modified polymer. *European Journal of Mechanics - A/Solids* 24, 169 – 182.

Chapitre V

Simulation du procédé de vissage-taraudage

Sommaire

Introduction	179
A Simulation du procédé de vissage-taraudage dans le POM	179
A.I Modélisation simplifiée de la structure en 2D axisymétrique	179
A.II Mise en évidence des verrous d'ordre numérique	182
A.II.1 Sensibilité du maillage à la profondeur d'indentation limite avant divergence du calcul	182
A.II.2 Influence du coefficient de frottement sur la profondeur d'indentation limite avant divergence du calcul	184
A.II.3 Localisation de l'endommagement maximal au cours du taraudage	185
A.III Alternative pour la prévision de l'endommagement introduit au cours du taraudage	186
A.IV Calculs thermomécaniques pour simuler le procédé de vissage-taraudage	188
A.IV.1 Méthodologie de résolution et conditions limites	190
A.IV.2 Influence de la vitesse d'indentation sur la localisation de l'endommagement et sur l'élévation de température due à l'auto-échauffement	191
A.IV.3 Prise en compte de l'échauffement dû à la friction métal/polymère	195
A.V Tentative d'une modélisation de l'assemblage en 3D.	199
B Applications aux problématiques industrielles.	201
B.I Détermination des conditions optimales de vissage-taraudage serrage	201
B.I.1 Position du problème	201

B.I.2	Domaine «autorisé» - Marge de sécurité	202
B.II	Prédiction par le calcul d'un assemblage vis polymère/écrou polymère.	205
B.II.1	Position du problème	205
B.II.2	Prévision de la localisation du maillon faible de l'assemblage	206
Bibliographie	210

Introduction

La première partie de ce chapitre est consacrée à la simulation du procédé de vissage-taraudage dans les matières plastiques dont les tenants et les aboutissants ont été décrits finement tout au long de ce mémoire. Tout d'abord, une étude de faisabilité de cette simulation est menée afin de mettre en évidence certains verrous d'ordre numérique ne permettant pas de simuler de façon réaliste la première partie de la phase de taraudage, à savoir celle précédant l'amorçage de la fissure constatée expérimentalement dans le prolongement du filet de la vis autotaraudeuse (cf. figure II.16(a) du §A.II.1)). Une stratégie alternative est alors proposée afin de s'affranchir de cette partie du chargement tout en permettant de prévoir l'évolution de l'endommagement dans la zone taraudée ainsi que l'amorçage puis la propagation d'une fissure de nature proche de celle observée. On enrichit alors la simulation en tenant compte des phénomènes thermiques intervenant au cours du procédé. Le premier calcul thermomécanique effectué vise à analyser l'influence de la vitesse d'indentation sur l'élévation de la température, due à la génération de chaleur produite par la dissipation plastique, ainsi que sur la localisation de l'endommagement près du fond du taraudage. Le deuxième type de calcul effectué intègre l'élévation de la température due à la friction métal/polymère. L'objectif est d'évaluer l'impact de cette source de chaleur sur le comportement mécanique global de la structure ainsi que sur la porosité en fond de taraudage. Finalement, la deuxième partie du chapitre a pour but d'illustrer le potentiel d'application industrielle du modèle GTN identifié. Au cours de ce paragraphe, on décrit dans un premier temps la méthodologie pour optimiser la vitesse de rotation ainsi que le couple de serrage du procédé. Enfin, on présente les résultats d'une simulation menée en trois dimensions du vissage puis du serrage d'un assemblage vis polymère (POM)/écrou polymère (POM) à pas métrique.

A Simulation du procédé de vissage-taraudage dans le POM

A.I Modélisation simplifiée de la structure en 2D axisymétrique

La stratégie employée pour la modélisation de la structure est de s'appuyer sur une configuration en 2D axisymétrique. On peut voir sur la figure V.1 trois vues du système à échelle plus ou moins grande récapitulant l'ensemble des conditions limites ainsi que la géométrie du profil et du bossage considérées.

On sait en effet que le profil du filet standard d'une vis auto-taraudeuse (angle=40° ; rayon de courbure en pointe=0,06 mm), dont les caractéristiques géométriques sont mesurées en s'appuyant sur l'observation au microscope optique d'une coupe longitudinale de la vis obtenue

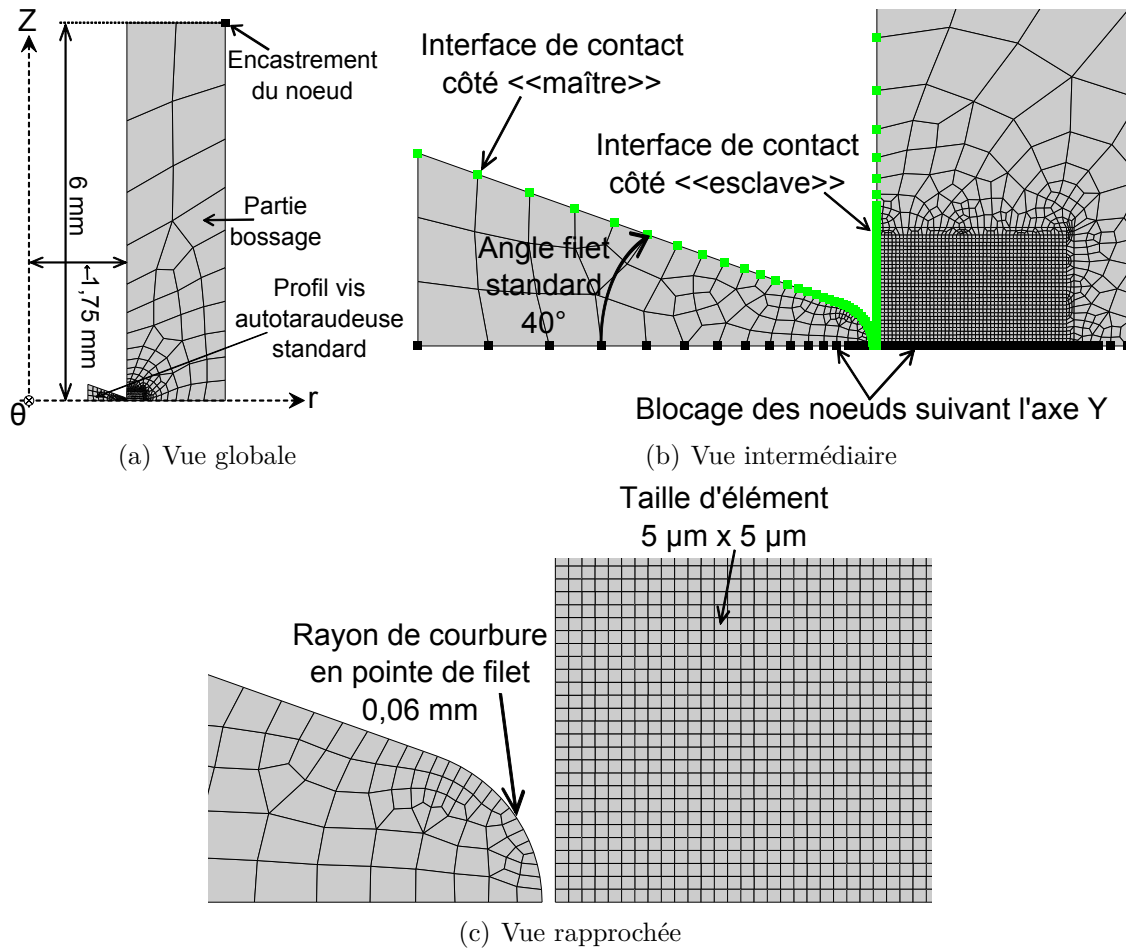


FIGURE V.1 – Conditions limites et géométrie considérées pour la modélisation simplifiée en 2D axisymétrique du système standard vis autotaraudeuse-bossage.

à l'aide d'une tronçonneuse de laboratoire (cf. figure II.15), indente un bossage dont le diamètre intérieur est de 3,5 mm. Ainsi l'indentation du filet dans la matière est simulée en imposant à tous les nœuds appartenant à la vis une vitesse de déplacement constante suivant l'axe r . Notons que l'on fait l'hypothèse que le chargement est parfaitement symétrique de part et d'autre du profil et par conséquent seule la moitié du système est modélisée sachant que tous les nœuds situés sur l'axe de symétrie r sont interdits de se déplacer suivant l'axe Z . En ce qui concerne la vitesse de déplacement imposée, on sait d'une part que la vis effectue environ deux tours au cours de la phase de vissage-taraudage (cf. §A.I du chapitre 2). Ceci implique qu'à la vitesse de rotation imposée de 500 tr/min l'indentation s'effectue en $(2 \cdot 60) / 500 = 0,24$ s. Sachant que la profondeur totale d'indentation est de 0,5 mm (rayon extérieur vis – rayon intérieur bossage $= (4,5 - 3,5) / 2$) la vitesse de pénétration du filet de vis dans la matière à 500 tr/min est d'environ 2 mm/s. Il est important de préciser que cette configuration simplifiée néglige les contraintes de cisaillement $\sigma_{\theta\theta}$ que subit le matériau pendant la phase de vissage et qui sont dues au glissement du profil à l'intérieur du sillon qui se dessine progressivement.

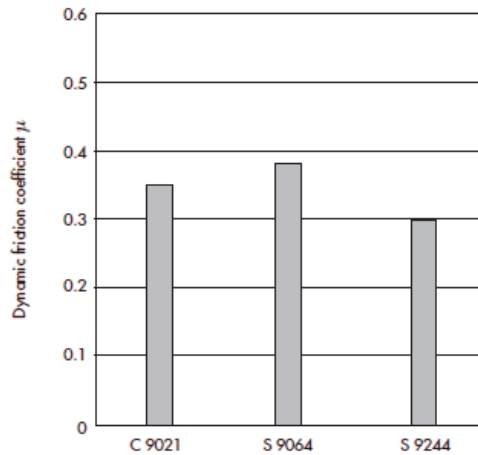


FIGURE V.2 – Coefficient de frottement dynamique μ mesurés pour les grades Hostaform®S9064, Hostaform®S9244 et Hostaform®C9021 faisant partie de la gamme de copolymères acétal proposée par la société Ticona Engineering Polymers du groupe Celanese - Coefficients déterminés par un mouvement alternatif d’une bille d’acier sur une feuille Hostaform avec une vitesse de glissement de 600 mm/min, une force normale au plan de 6 N, et pendant une durée de 480 min [Ticona, 2006].

Concernant le contact entre le profil et le bossage, celui-ci est géré dans le logiciel ZéBuLoN en utilisant une méthode classique de pénalisation, la surface «maître» étant sélectionnée sur la vis et les nœuds «esclaves» côté bossage (cf. figure V.1(b)). Le coefficient de friction choisi pour la définition du contact n’a pas été mesuré expérimentalement et provient des données constructeur qui indiquent une valeur de 0,3 pour un grade proche de celui étudié (voir les résultats concernant le grade Hostaform®S9244 sur la figure II.31(c) ; rappel du grade étudié dans cette thèse : Hostaform®S9243). Par ailleurs, le maillage du bossage dans la zone sollicitée est construit de façon concordante avec les résultats d’identification du paramètre f_c obtenus à la température ambiante sur l’éprouvette CT. On considère de ce fait des éléments quadrangles axisymétriques linéaires «CAX4» de taille 5 μ m selon la direction r, direction de propagation attendue de la fissure au sein du bossage. Notons que l’on choisit également de négliger dans cette première phase de simulation l’élévation de la température due à la fois au frottement ainsi qu’à l’échauffement adiabatique provoqué par les vitesses de déformation importantes que l’on impose au matériau. Ainsi on considère pour le matériau du bossage le modèle GTN en considérant les paramètres du tableau IV.7 à 20°C ainsi qu’une valeur de taux de porosité initial f_0 de 1%. A noter que la loi de comportement est intégrée en grandes déformations et que l’on attribue à la vis une loi de comportement élastique linéaire avec un module de Young de 300 GPa et un coefficient de Poisson de 0,3. Finalement le gestion du pas de temps est la même que celle utilisée lors des calculs d’optimisation sur éprouvette entaillées et CT à savoir une gestion automatique indexée sur la variable interne f_t dont la variation entre deux pas ne peut excéder 1%.

A.II Mise en évidence des verrous d'ordre numérique

A.II.1 Sensibilité du maillage à la profondeur d'indentation limite avant divergence du calcul

On réalise dans un premier temps, en considérant un coefficient de friction quasiment nul de 0,001, une étude de sensibilité du maillage vis-à-vis de la profondeur d'indentation limite avant l'arrêt du calcul pour cause d'un premier élément distordu. On rappelle en effet que la profondeur d'indentation visée est de 0,5 mm correspondant à la différence entre le rayon extérieur de la vis et le rayon intérieur du bossage. Ainsi on constate tout d'abord sur la figure V.3(a) qu'un maillage «réglé» dans la zone sollicitée, constitué d'éléments quadrangulaires dont le ratio vaut 1, c'est à dire dont la longueur suivant l'axe r vaut $5\ \mu\text{m}$ égale à celle suivant l'axe Z , présente une profondeur d'indentation limite d'environ $215\ \mu\text{m}$ soit à peu près 43% seulement de la profondeur visée.

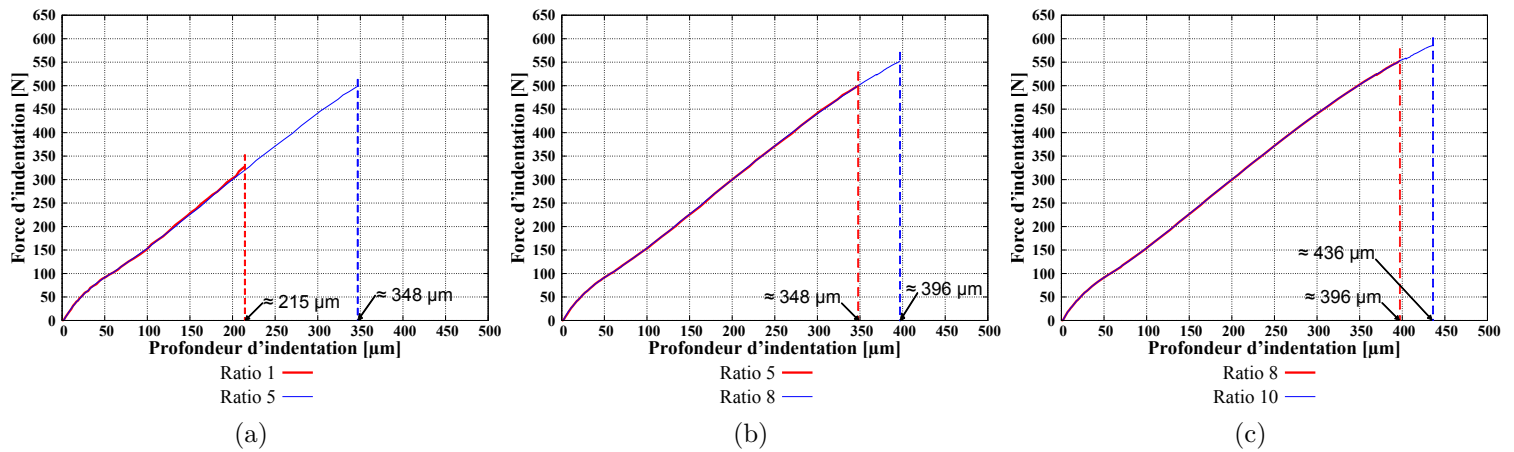


FIGURE V.3 – (a) : Évolution de la force résultante d'indentation en fonction de la profondeur d'indentation pour deux maillage «réglé» dans la zone indentée constitué d'éléments quadrangles axisymétriques de ratio 1 et 5; (b) : Évolution de la force résultante d'indentation en fonction de la profondeur d'indentation pour deux maillage «réglé» dans la zone indentée constitué d'éléments quadrangle axisymétrique de ratio 5 et 8; (c) : Évolution de la force résultante d'indentation en fonction de la profondeur d'indentation pour deux maillage «réglé» dans la zone indentée constitué d'éléments quadrangles axisymétriques de ratio 8 et 10.

On voit en effet sur les images du calcul, juxtaposées sur la figure V.4, que les éléments subissent à l'interface de contact de fortes déformations négatives dans la direction radiale. La dernière image V.4(b) indique la déformée juste avant la divergence du calcul due à la présence d'éléments distordus. On suggérerait alors de faire appel à une méthode de remaillage automatique en cours de calcul.

Une autre démarche permettant d'augmenter la profondeur de pénétration limite est de considérer un ratio plus élevé pour les éléments quadrangulaires. Ainsi on procède en diminuant

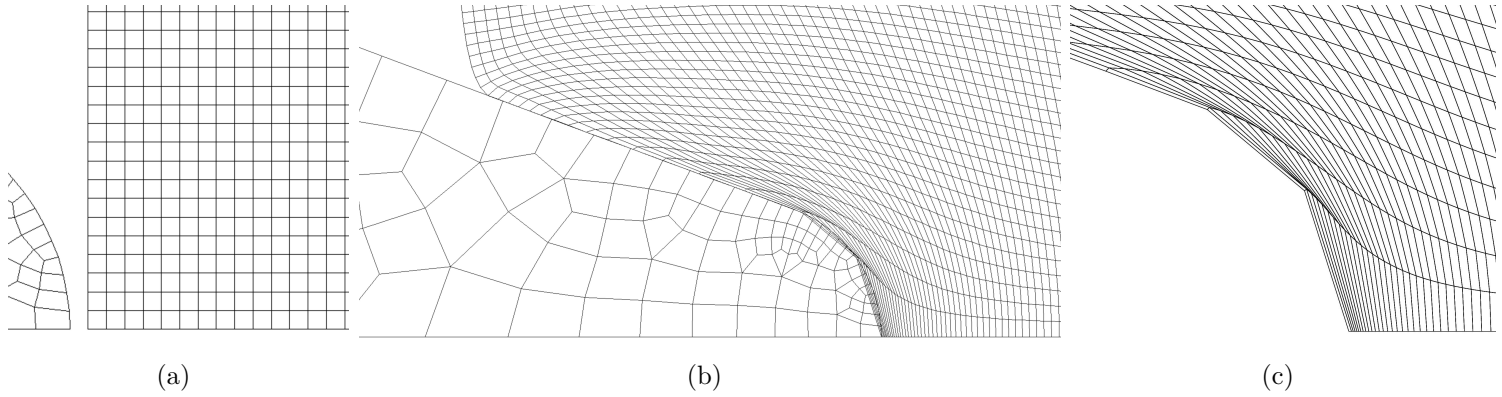


FIGURE V.4 – Simulation simplifiée en 2d axisymétrique de l’indentation du filet d’une vis métallique autotaraudeuse standard dans un bossage en POM : Maillage «réglé» avec des éléments quadrangulaires de ratio 1 (coefficient de friction de 0,001).

la taille de maille selon la direction Z tout en la gardant constante suivant la direction r. On commence par explorer un ratio de 5 induisant une hauteur d’élément de $1\ \mu\text{m}$. On constate sur la figure V.3(a) que la profondeur d’indentation limite augmente fortement par rapport au ratio de 1, sa valeur augmentant d’environ 62% en passant de $215\ \mu\text{m}$ à $348\ \mu\text{m}$. Comme on peut le voir sur la figure V.5 l’augmentation du ratio des éléments a bien pour effet de retarder la distorsion des éléments et donc la divergence du calcul.

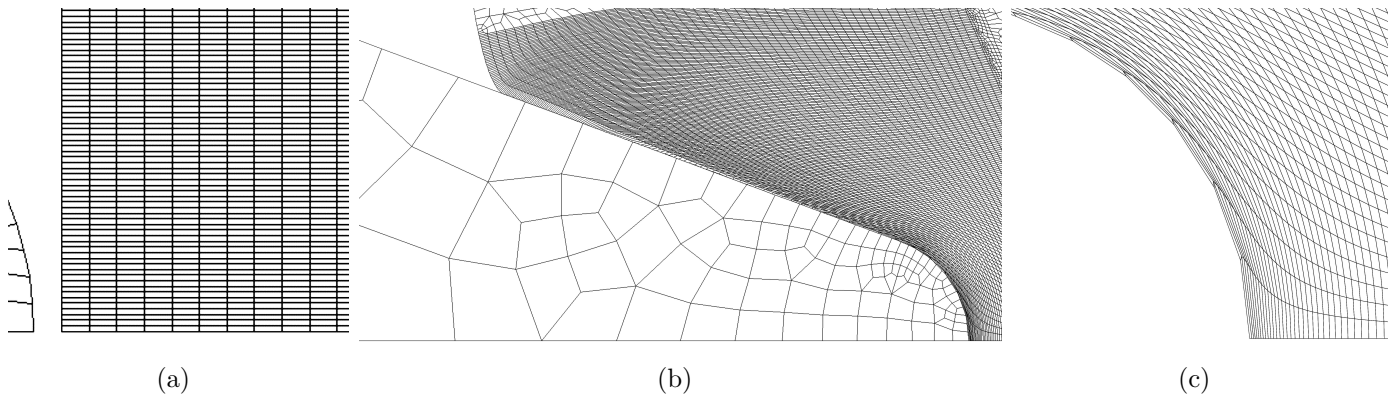


FIGURE V.5 – Simulation simplifiée en 2d axisymétrique de l’indentation du filet d’une vis métallique autotaraudeuse standard dans un bossage en POM : Maillage «réglé» avec des éléments quadrangulaires de ratio 5 (coefficient de friction de 0,001).

Ainsi la distorsion des éléments est de plus en plus retardée à mesure que l’on augmente le ratio et de ce fait, comme on peut le voir sur la figure V.3(a), un ratio de 8 permet d’atteindre une profondeur limite d’environ $396\ \mu\text{m}$ (cf. figure V.6) tandis que l’on atteint $436\ \mu\text{m}$ (cf. figure V.7) avec un ratio de 10.

Cette étude de sensibilité du maillage montre que la profondeur d’indentation visée de $500\ \mu\text{m}$, sans l’emploi d’une fonction de remaillage automatique en cours de calcul, ne peut être

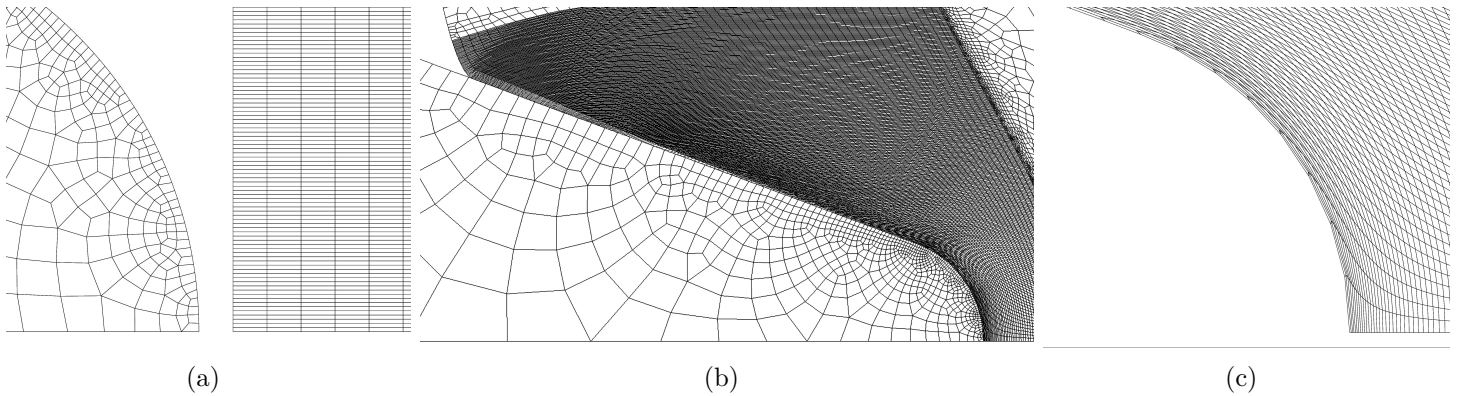


FIGURE V.6 – (a) : Simulation simplifiée en 2d axisymétrique de l’indentation du filet d’une vis métallique autotaraudeuse standard dans un bossage en POM : Maillage «réglé» avec des éléments quadrangulaires de ratio 8 (coefficient de friction de 0,001).

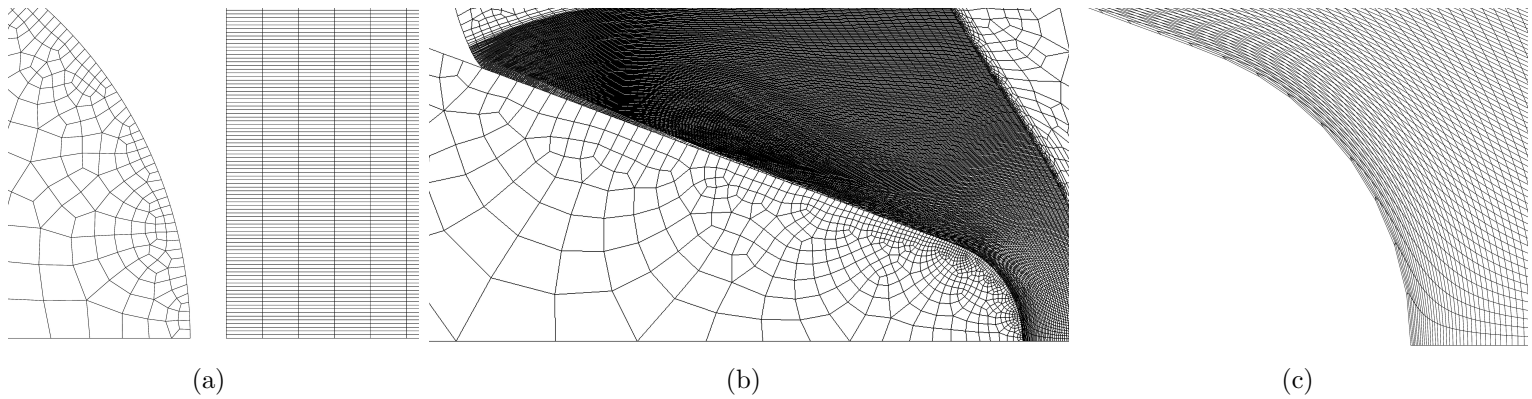


FIGURE V.7 – Simulation simplifiée en 2d axisymétrique de l’indentation du filet d’une vis métallique autotaraudeuse standard dans un bossage en POM : Maillage «réglé» avec des éléments quadrangulaires de ratio 10 (coefficient de friction de 0,001).

approchée qu’en considérant des éléments quadrangulaires présentant un ratio de 10. A noter que l’ensemble des calculs présentés par la suite sont ainsi menés à partir du maillage de la figure V.7.

A.II.2 Influence du coefficient de frottement sur la profondeur d’indentation limite avant divergence du calcul

Comme le montre la figure V.8(b), la prise en compte d’un coefficient de friction de 0,3, valeur indiquée par le constructeur (cf. figure V.2), provoque l’arrêt précoce du calcul avec le maillage présentant des éléments de ratio 10. On constate en effet sur la figure V.8(a) que la friction a pour effet de cisailer les éléments à l’interface de contact ce qui conduit rapidement à une divergence. Il paraît donc nécessaire d’employer une fonction de remaillage automatique en cours de calcul dans le cas où l’on considère un coefficient de friction réaliste. Notons finalement que la résultante de l’effort d’indentation à la fin du calcul, c’est à dire à environ

150 μm de profondeur (cf. figure V.8(b)) est très légèrement inférieure à celle prévue par le calcul sans frottement au même instant du chargement. Précisons que le calcul avec frottement prévoit comme attendu une composante d'effort suivant l'axe r supérieure à celle prévue par le calcul sans frottement, la force tangentielle due à la friction s'opposant à l'avancée du profil. Concernant l'autre composante suivant l'axe Z, on constate que celle-ci est moins élevée avec considération du frottement.

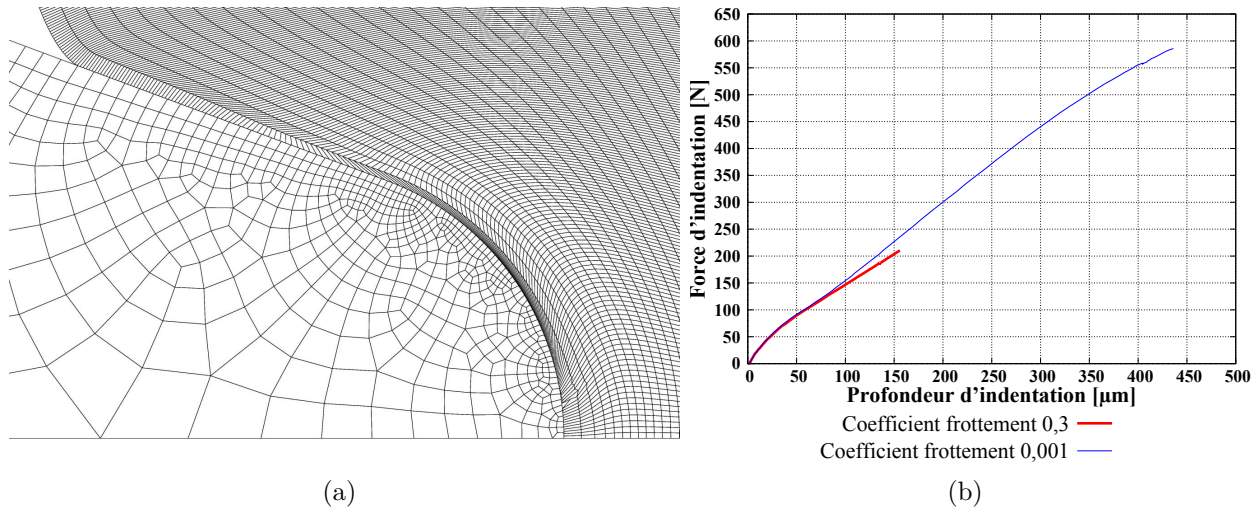


FIGURE V.8 – (a) : Déformée en fin de calcul pour un coefficient de frottement de 0,3; (b) : Effet de la prise en compte du frottement sur l'évolution de la force résultante d'indentation en fonction de la profondeur d'indentation.

A.II.3 Localisation de l'endommagement maximal au cours du taraudage

On souhaite analyser l'évolution de la porosité au sein du bossage pendant la phase de vissage-taraudage. On visualise pour ce faire les iso-valeurs de la porosité f_t à différentes valeurs de profondeur d'indentation. Ainsi on constate sur la figure V.9 que la porosité ne commence à apparaître qu'à partir de 0,2 mm d'enfoncement. Le taux de porosité augmente ensuite constamment jusqu'à la fin du calcul mais de façon très localisé à proximité de l'interface de contact comme indiqué sur la figure V.9(d)). On voit donc clairement qu'en considérant une telle configuration de calcul la simulation n'est pas en mesure de prévoir de façon réaliste l'évolution de l'endommagement près du fond du taraudage. Par conséquent, cette mauvaise corrélation, due en partie à l'absence de remaillage au cours du calcul, ne permet pas de prédire l'amorçage, puis la propagation dans la direction radiale, d'une fissure de même nature que celle observée expérimentalement et discutée au §A.II du deuxième chapitre (cf. figure II.16(a)).

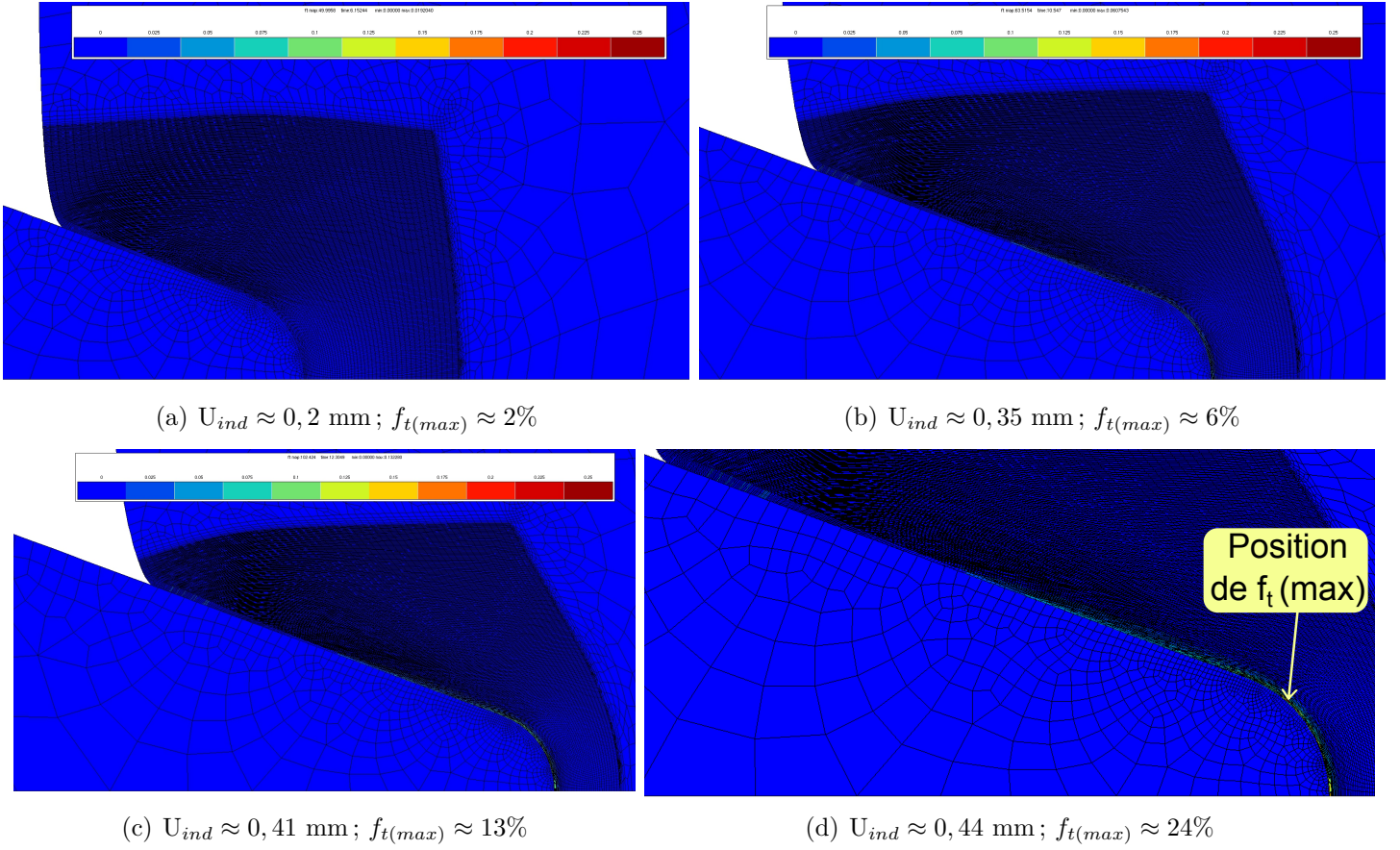


FIGURE V.9 – Juxtaposition image par image d'une simulation simplifiée en 2d axisymétrique de l'indentation du filet d'une vis métallique autotaraudeuse standard dans un bossage en POM : Maillage «réglé» avec des éléments quadrangulaires de ratio 10 (coefficient de friction de 0,001) - Évolution de l'endommagement au cours du chargement.

A.III Alternative pour la prévision de l'endommagement introduit au cours du taraudage

Ainsi la configuration de calcul en 2D axisymétrique considérée précédemment, dont la géométrie associée est celle de la figure V.1, ne permet pas d'estimer de façon réaliste l'endommagement introduit au cours de l'indentation du matériau. On propose alors de mener la simulation du procédé de vissage-taraudage en suivant une stratégie alternative s'affranchissant de la première phase du chargement jusqu'à l'amorçage de la fissure. Cette stratégie consiste à intuiter une géométrie de défaut préalable dans le bossage de façon à provoquer la propagation d'une fissure apparaissant dans le prolongement du filet de vis telle que celle observée expérimentalement. Notons que cette nouvelle configuration de calcul est construite en s'inspirant en partie de la réalité expérimentale. On sait en effet que la géométrie du filet de la vis n'est pas régulière (aspect discuté au cours du §A.II.1 du deuxième chapitre) et que par conséquent la phase de taraudage consiste davantage en une succession d'indentations à partir

d'un défaut initialement présent. On considère alors une entaille initiale dont la géométrie est celle de la figure V.10. On rappelle que dans la configuration standard décrite précédemment la profondeur totale d'indentation est de 0,5 mm. D'autre part, l'angle ainsi que le rayon de l'entaille doivent être judicieusement ajustés de sorte que la gamme de taux de triaxialité des contraintes dans la zone d'amorçage soit ni trop élevée ni trop basse afin que la profondeur de propagation de la fissure en fin de calcul soit proche de la mesure expérimentale. Il s'avère donc qu'après un certain nombre d'itérations, un assez bon compromis est trouvé en considérant un angle d'entaille de 10° ainsi qu'un rayon de $30\ \mu\text{m}$. Par ailleurs et comme déjà mentionné au §A.II du deuxième chapitre, l'échantillon observé lors de l'investigation avait été préalablement taraudé en imposant à la vis autotaraudeuse une vitesse de rotation très lente (vissage effectué manuellement ; vitesse angulaire non-mesurée) et très inférieure à celle du procédé industriel. A noter qu'une vitesse d'indentation de $2\ \text{mm/min}$ équivaut à imposer à la vis une vitesse de rotation d'environ $8\ \text{tr/min}$, valeur que l'on juge représentative du chargement expérimental appliqué manuellement. Finalement concernant le maillage, on précise que la longueur des éléments dans la direction de propagation de la fissure est de $5\ \mu\text{m}$, valeur identique à celle sur laquelle est basée l'identification de la porosité critique f_c sur éprouvette CT.

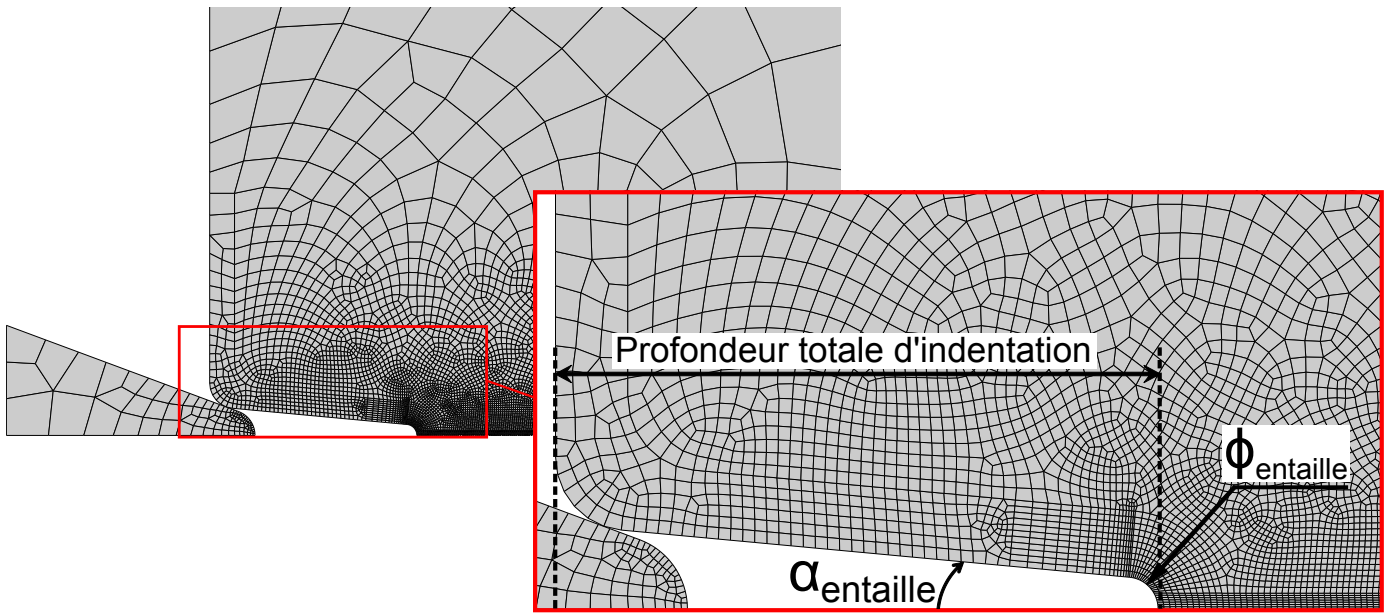


FIGURE V.10 – Caractéristiques géométriques du maillage du bossage prenant en compte une entaille initiale ; Stratégie de calcul alternative pour la prévision de l'endommagement introduit au cours du taraudage.

Ainsi la juxtaposition image par image du calcul sur les figures V.11 et V.12 montre que cette stratégie de simulation permet effectivement de prévoir le développement d'un endommagement près du fond du taraudage puis la propagation dans la direction radiale d'une fissure vers la fin de l'indentation. Notons que la cinétique d'amorçage et de propagation de cette fissure

est similaire à celle constatée sur éprouvette CT [Ricard et al., 2013], notamment en ce qui concerne la distribution du taux de porosité et la position du point d'amorçage localisée à une certaine distance du fond d'entaille.

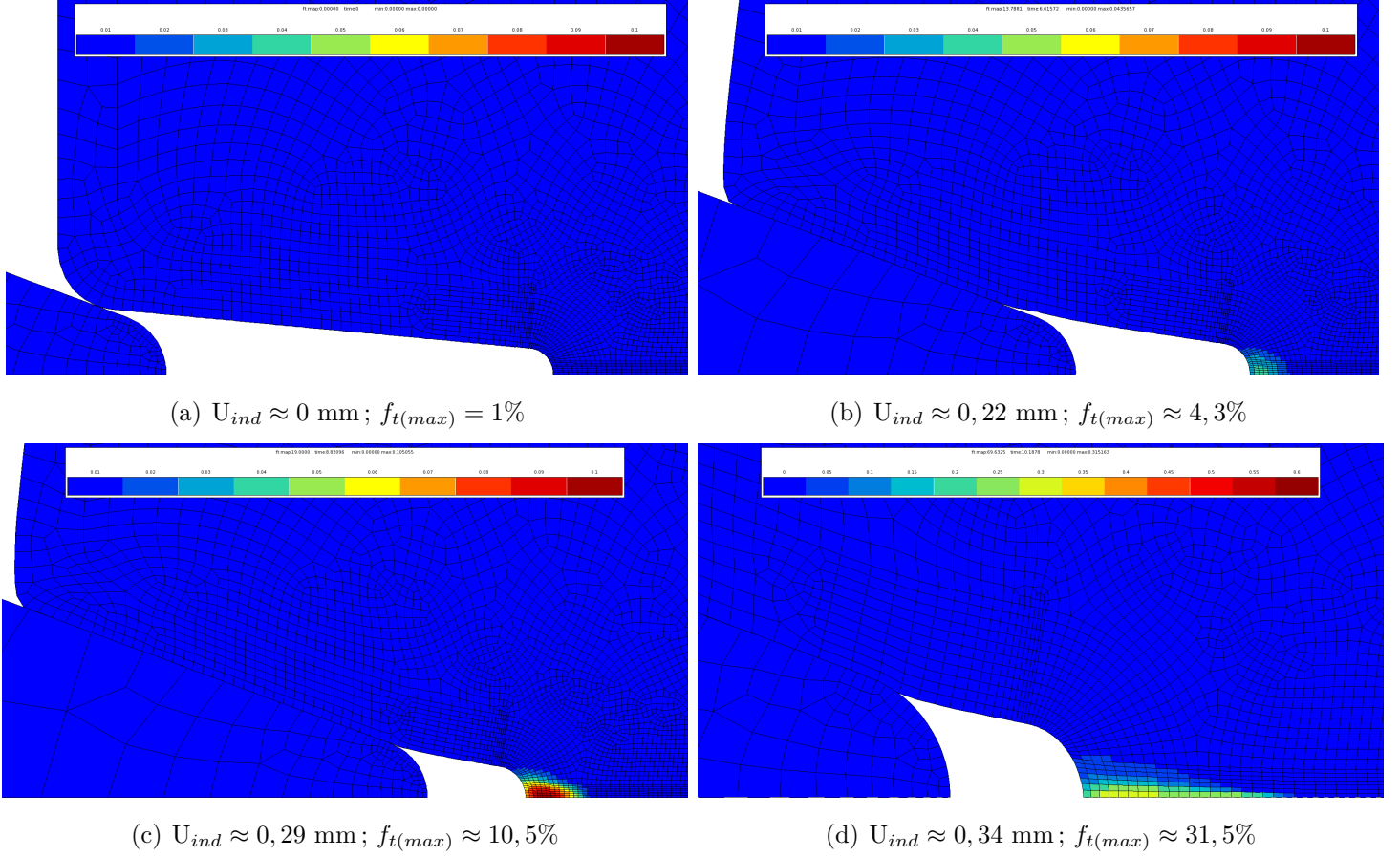


FIGURE V.11 – Juxtaposition image par image de la propagation de la fissure prévue par le calcul à l'extrémité du taraudage (poster 1/2).

A propos de la longueur de la fissure se propageant au sein du bossage, celle-ci est estimée à environ $140 \mu\text{m}$ (cf. figure V.13(a)). Comme rappelé sur la figure V.13(b), la longueur de la fissure proprement dite en fond de taraudage avait été mesurée expérimentalement à environ $50 \mu\text{m}$, la zone de «craze» de $85 \mu\text{m}$ n'ayant pas été incluse dans la mesure. Cette configuration de calcul considérant une entaille initiale surestime donc la longueur de la fissure mais permet bien de simuler l'état de la microstructure à la fin de la phase de vissage-taraudage.

A.IV Calculs thermomécaniques pour simuler le procédé de vissage-taraudage

L'influence de l'élévation de la température au cours du taraudage sur le comportement mécanique du matériau ainsi que sur l'évolution de l'endommagement est une question à laquelle

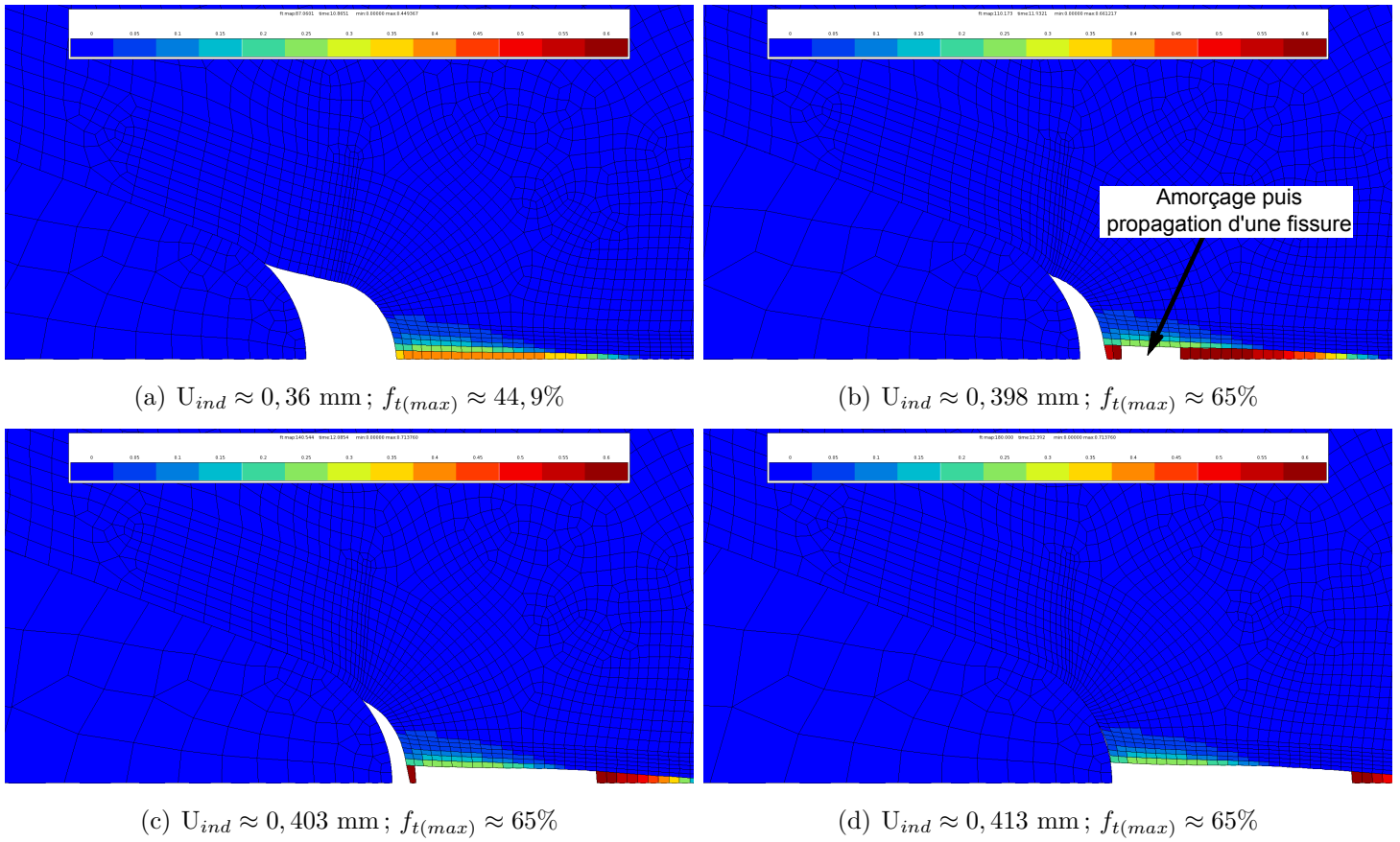


FIGURE V.12 – Juxtaposition image par image de la propagation de la fissure prévu par le calcul à l'extrémité du taraudage (poster 2/2).

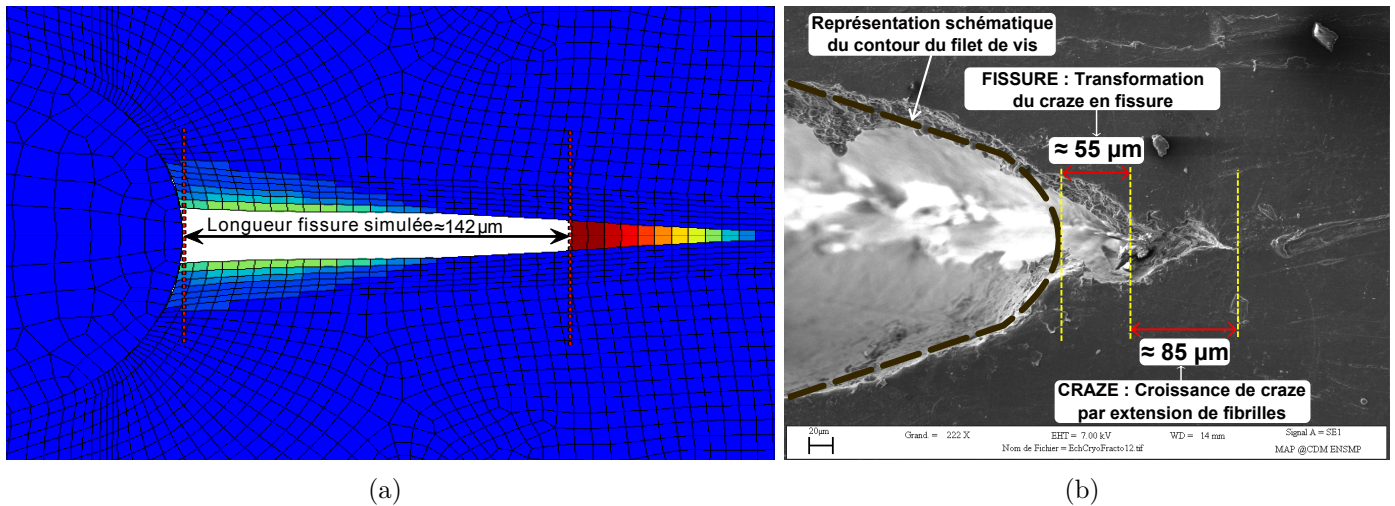


FIGURE V.13 – (a) : Mesure de la longueur de la fissure en fin de calcul en considérant une vitesse d'indentation de 2 mm/min ; (b) : Mesure expérimentale de la longueur de la fissure dans la configuration standard.

l'étude s'est attachée à répondre. On rappelle en effet qu'au cours du vissage, la friction du filet de la vis métallique sur la surface du taraudage en cours de création génère une augmentation importante de la température superficielle à l'interface de contact. De plus, comme souligné à la fin du §A.I du deuxième chapitre, les grandes déformations générées au cours du taraudage sont susceptibles de provoquer un auto-échauffement local significatif du matériau par dissipation d'une partie de la puissance de déformation plastique en chaleur. Ainsi ces deux sources de chaleur sont de nature à influencer fortement le comportement mécanique du matériau et de ce fait l'évolution de l'endommagement, la porosité étant on le rappelle pilotée par l'incrément de déformation plastique. La démarche employée pour mener cette étude consiste à estimer dans un premier temps l'auto-échauffement du matériau au cours de la création du taraudage et d'évaluer son impact sur le comportement du matériau. Dans un second temps, il s'agit de définir un flux de chaleur sur la surface en contact appartenant au bossage qui soit représentatif de l'élévation de la température superficielle mesurée expérimentalement au §A.I du deuxième chapitre. Au cours de ce deuxième calcul thermomécanique, on simule alors le procédé en tenant compte de l'influence de l'élévation de la température due à la fois à la friction et à l'auto-échauffement sur le comportement du matériau à l'échelle locale ainsi que sur le comportement globale de la structure industrielle.

A.IV.1 Méthodologie de résolution et conditions limites

Les calculs thermomécaniques sont réalisés en utilisant une méthodologie de couplage qui considère une interaction mutuelle entre le problème de mécanique et celui de la thermique, résolus tous deux de façon séparée [Ranc, 2003]. On verra effectivement au cours de ce paragraphe que d'une part la thermique influence la mécanique, puisque les paramètres du modèle GTN dépendent de la température, et que d'autre part la mécanique est susceptible d'influencer la thermique à travers la prise en compte de la dissipation de la puissance de déformation plastique en chaleur (autoéchauffement du matériau). Précisons que l'augmentation locale de la température induite par la génération de chaleur interne due à la dissipation de la puissance plastique est déterminée grâce à l'équation suivante [Boisot, 2009] :

$$\Delta T = \beta \frac{1}{\rho C_p} \int \sigma_{eq} \delta \varepsilon_{eq} \quad (V.1)$$

avec β le coefficient d'échange thermique (pourcentage d'énergie de déformation plastique transformée en chaleur), ρ la masse volumique, C_p la chaleur spécifique, σ_{eq} la contrainte équivalente et $\delta \varepsilon_{eq}$ l'incrément de déformation plastique.

A noter que le coefficient de dissipation d'énergie mécanique en chaleur β est fixé à 1 dans le modèle numérique couplé tel qu'il est implémenté dans le code de calcul ZéBuLoN. Une fois

Masse volumique	Capacité thermique massique	Conductivité thermique	Dilatation thermique
ρ [T/mm ³]	C_p [mJ/T.K]	λ [mW/mm.K]	α [1/K]
$1,33.10^{-9}$	$1,8.10^9$	0,31	$1,42.10^{-4}$

TABLE V.1 – Tableau récapitulatif des propriétés thermiques considérées pour le POM lors de la conduite des calculs thermomécaniques effectués (Tiré de [Ticona, 2006]).

l'augmentation locale de la température calculée, le fichier «maître», dont le rôle est d'assurer la communication entre les deux résolutions, transmet les résultats au problème thermique qui détermine alors l'évolution du champ de température résultant de cette génération de chaleur, en imposant le flux thermique volumique correspondant. A la fin du calcul thermique, les résultats sont communiqués au problème mécanique qui ajuste en conséquences les coefficients de la loi de comportement pour la prochaine itération.

A propos des conditions limites, on précise tout d'abord que l'ensemble des calculs sont conduits en s'appuyant sur le maillage de la figure V.10. Concernant les conditions associées au problème de thermique, on impose sur tous les bords libres de la structure un flux de chaleur en convection libre ($\varphi = h(T - T_e)$) défini en considérant une température extérieure T_e constante à 20°C tout au long du chargement ainsi qu'un coefficient d'échange convectif h de $10 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ (valeur correspondant au cas d'une paroi verticale avec un écoulement naturel d'air et à des températures proches de la température ambiante (300 K)). De plus, on précise que la température initiale imposée à l'ensemble des nœuds du maillage est de 20°C. Finalement, un flux de chaleur nul est imposé sur la surface englobant les nœuds confondus avec l'axe de symétrie de coordonnées (x, y=0). Précisons finalement que les paramètres thermiques associés au POM sont regroupés dans le tableau V.1.

Concernant les conditions limites associées au problème de mécanique, celles-ci sont identiques aux conditions du calcul isotherme réalisé au §A.III. Par ailleurs, les paramètres du modèle GTN dépendent de la température et suivent les évolutions des courbes tracées dans les graphes des figures V.14, V.15 et V.16.

A.IV.2 Influence de la vitesse d'indentation sur la localisation de l'endommagement et sur l'élévation de température due à l'auto-échauffement

On réalise deux simulations de la phase de taraudage en se plaçant dans les conditions anisothermes décrites précédemment. Le premier calcul est mené en imposant au filet une vitesse faible, c'est-à-dire 2 mm/min, tandis que le deuxième considère la vitesse d'indentation de référence du procédé égale à 2 mm/s. Les images de la figure V.20 mettent en évidence, pour chacune des deux vitesses explorées, l'évolution du champ de température au cours de la phase de taraudage. L'auto-échauffement commence à apparaître autour du premier point de contact entre l'indenteur et le polymère. De la plasticité se développe effectivement dans cette

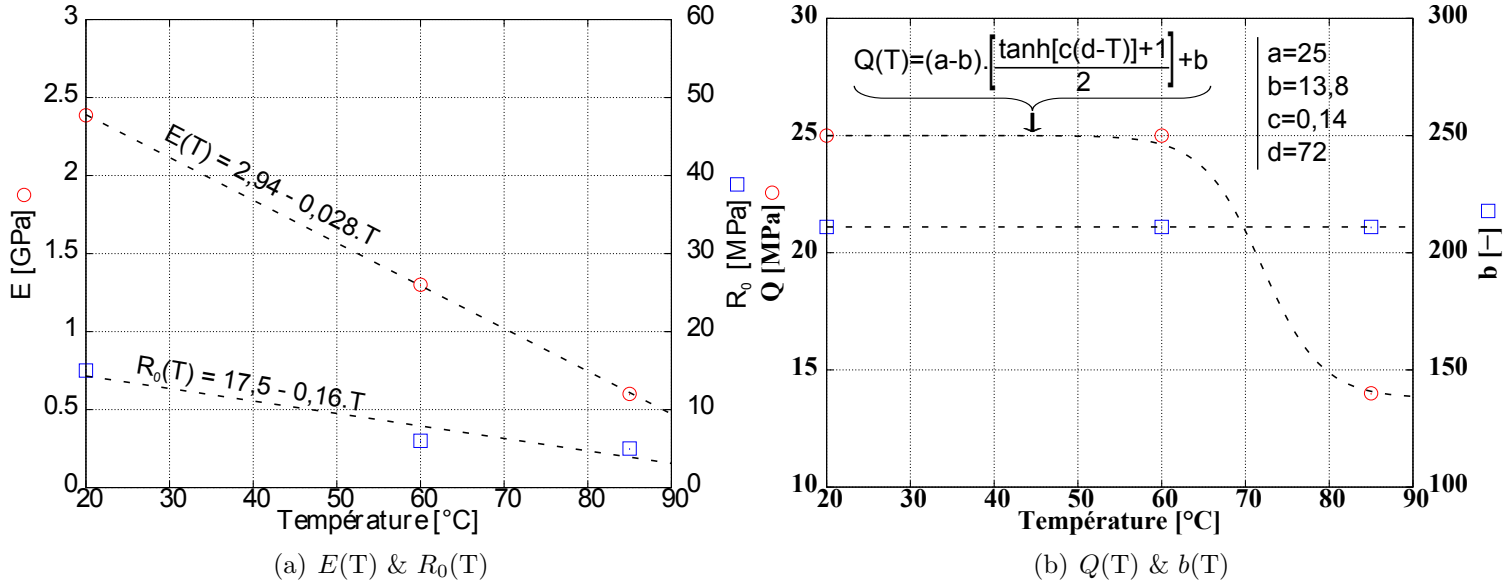


FIGURE V.14 – Évolutions des paramètres du modèle GTN en fonction de la température (1/3).

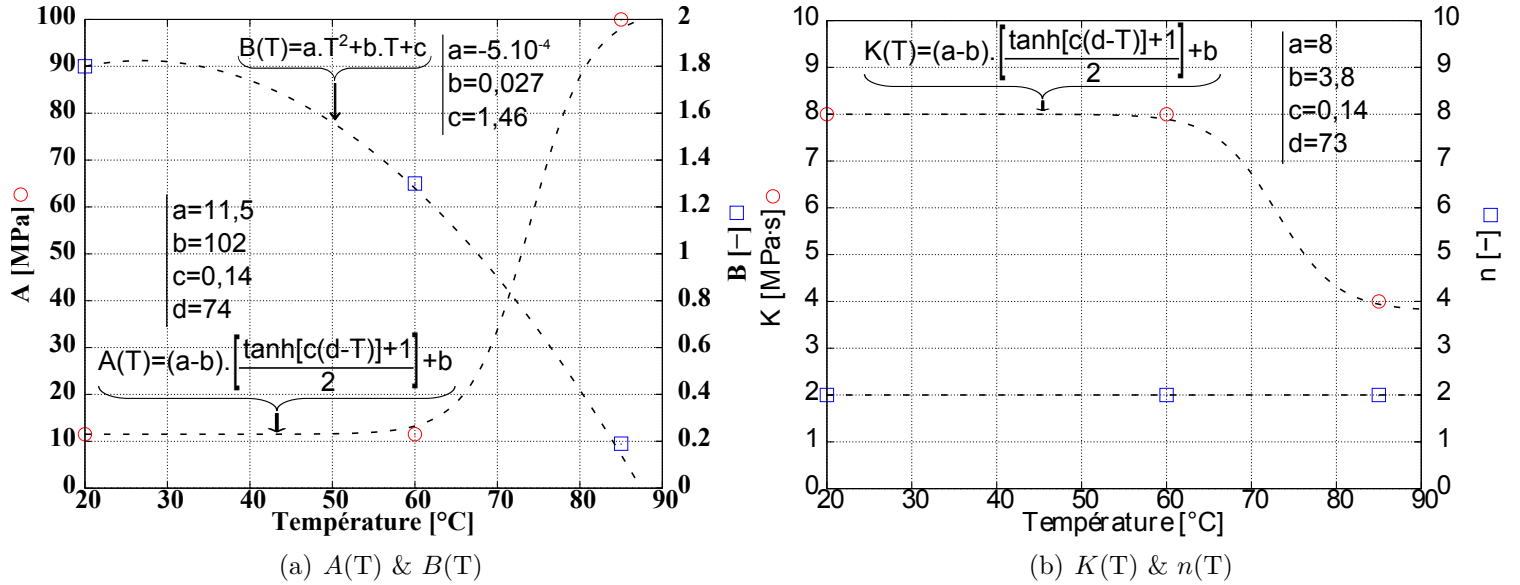


FIGURE V.15 – Évolutions des paramètres du modèle GTN en fonction de la température (2/3).

zone et se dissipe en chaleur produisant une hausse locale de la température. Cette hausse de température due à la dissipation thermique se propage ensuite par conduction dans tout le matériau. L'élévation maximale de la température ΔT_{\max} près du point de contact vaut $4,6^\circ\text{C}$ à la vitesse d'indentation de 2 mm/min et $0,7^\circ\text{C}$ à 2 mm/s.

En fond de taraudage, endroit privilégié pour le développement de l'endommagement, l'élévation de température provient d'une part de l'auto-échauffement local, et d'autre part de la conduction à partir du premier point de contact. Les valeurs de ΔT_{\max} sont de $2,5^\circ\text{C}$ à 2 mm/min et de $0,07^\circ\text{C}$ à 2 mm/s (cf. figure V.18). Au vu de la faiblesse de ces valeurs, on peut

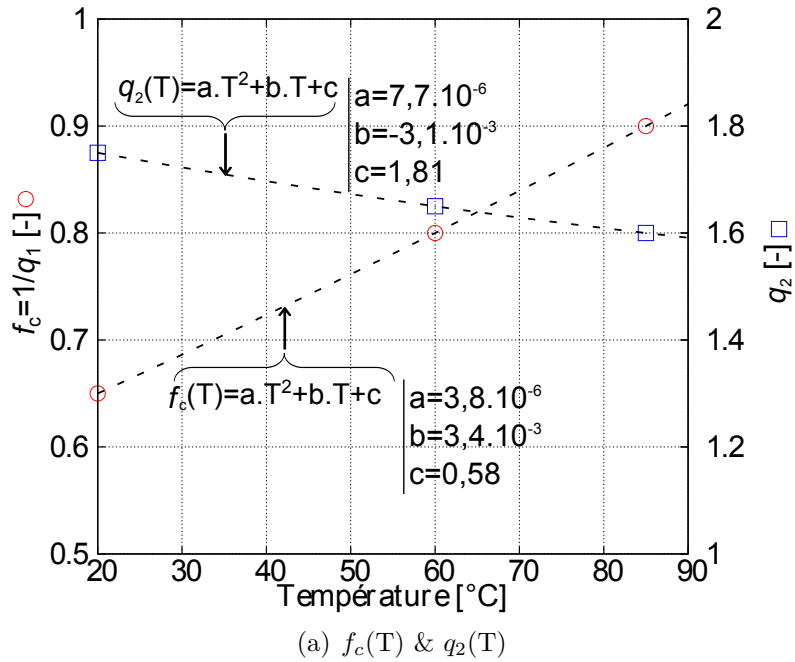


FIGURE V.16 – Évolutions des paramètres du modèle GTN en fonction de la température (3/3).

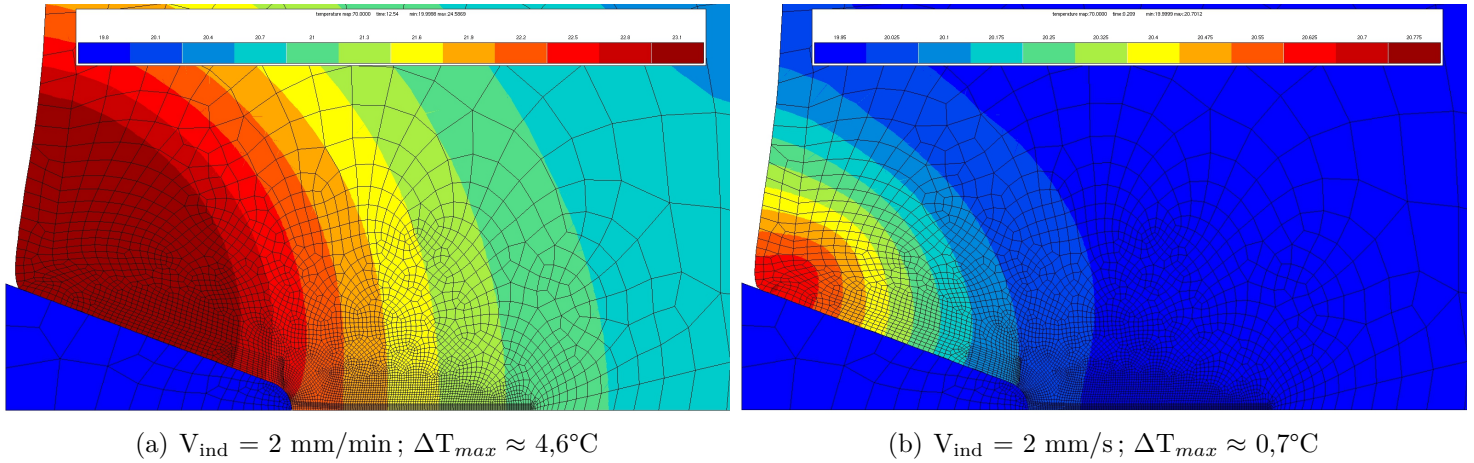


FIGURE V.17 – Évolution du champ de température prévue par la simulation aux vitesses d'indentation 2 mm/min et 2 mm/s.

considérer que le calcul mécanique ne subit aucune influence de la température. Seule l'augmentation de la vitesse d'indentation est ainsi responsable de la modification aussi bien de la distribution que du niveau d'endommagement.

La figure V.20 montre les iso-valeurs du taux de porosité. Pour la vitesse de 2 mm/min la valeur maximale (59%) est localisée comme dans le cas isotherme en avant du fond d'entaille. Pour 2 mm/s, on constate un changement de la localisation et de la valeur maximum de f_t . En effet, celle-ci est située en fond d'entaille et vaut à peu près 27%.

Lorsque l'on trace la répartition de la déformation plastique principale p_1 dans la même

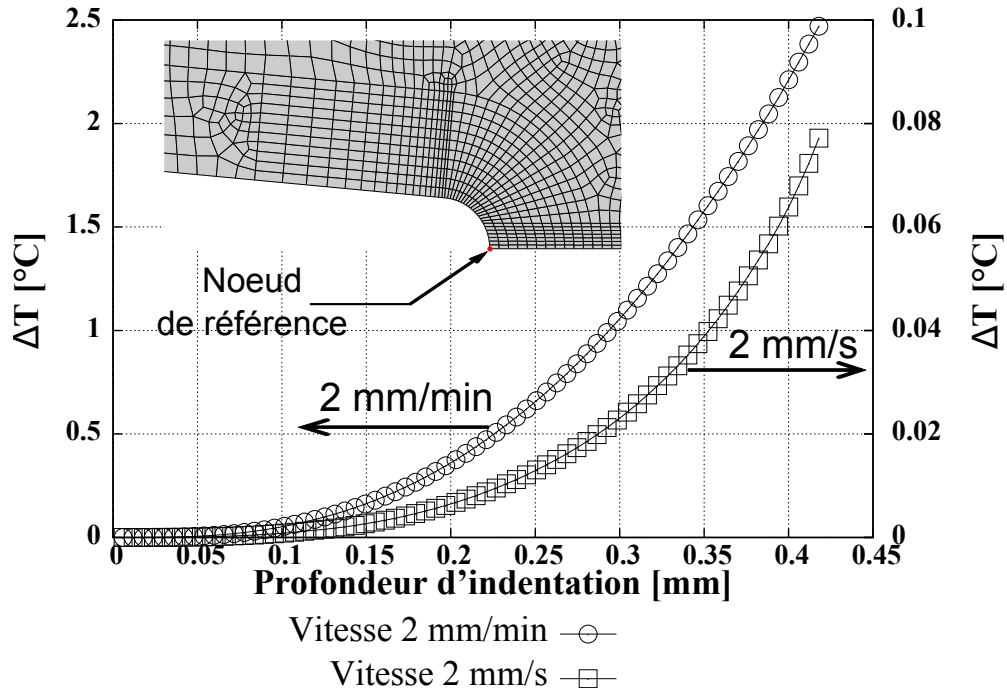


FIGURE V.18 – Augmentation de température prévue par le calcul en fond de taraudage à 2 mm/min et 2 mm/s.

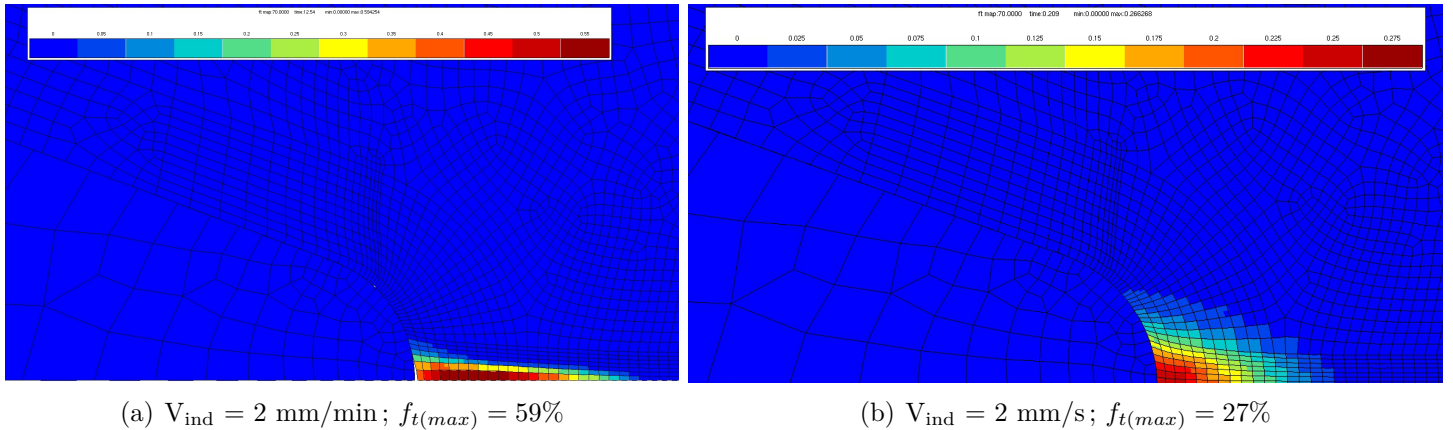


FIGURE V.19 – Distribution spatiale du taux de porosité prévue par le calcul à 2 mm/min et 2 mm/s.

zone, on voit d'une part que l'étendue de la zone plastique est plus grande à 2mm/min qu'à 2mm/s. D'autre part, sa valeur chute avec la vitesse, passant de 94% à 2 mm/min à environ 60% à 2 mm/s. Ainsi, l'augmentation de la vitesse de chargement est propice à l'établissement d'une zone plastique plus confinée en fond d'entaille.

Pour expliquer ce phénomène, nous faisons appel à la notion de charge limite d'une structure fissurée, qui est définie comme étant la charge qui permet la plastification du ligament restant dans un matériau plastique parfait. La charge limite est proportionnelle à la limite d'élasticité du matériau. Sachant que la limite d'élasticité augmente avec la vitesse de déformation, la

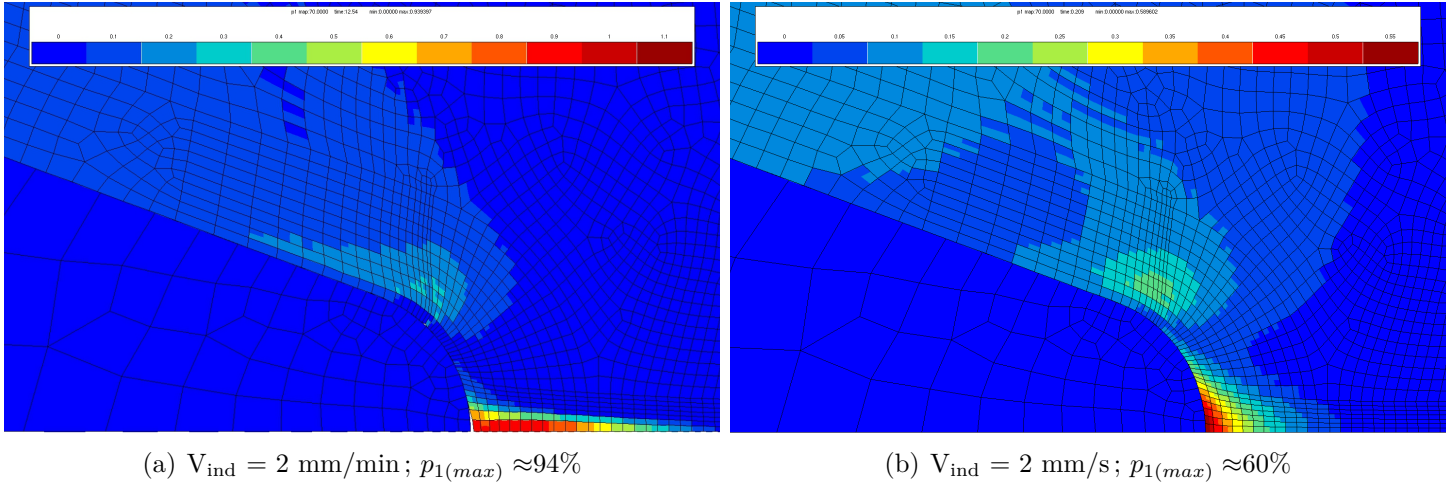


FIGURE V.20 – Déformation plastique principale p_1 prévue par le calcul à 2 mm/min et 2 mm/s.

charge limite en fait de même. L'augmentation de la vitesse d'indentation retarde donc la plastification du ligament restant, par hausse de la charge limite. Pour un matériau écrouissable comme le POM, cela se manifeste par un confinement de la plasticité en fond d'entaille. Le profil d'endommagement revient même à un profil de type «élastique». A vitesse faible (2 mm/min) la charge limite, plus basse, est dépassée plus tôt, ce qui conduit à un champ de type «plasticité étendue».

A.IV.3 Prise en compte de l'échauffement dû à la friction métal/polymère

A.IV.3.1 Flux de chaleur à l'interface de contact

Comme déjà évoqué dans l'introduction du §A.IV, les essais conduits en thermographie infrarouge ont permis de mesurer la température superficielle due à la friction entre la vis métallique et le bossage polymère. Notons que les résultats obtenus grâce à ces essais seraient directement exploitables dans le cas d'une configuration de calcul en 3D où serait effectivement modélisé le glissement entre les deux pièces. La prise en compte de l'échauffement due à la friction serait alors relativement triviale puisque la température sur les surfaces des deux pièces en contact pourrait être directement calculée au cours de la simulation à partir de la théorie des phénomènes thermiques intervenants dans le contact, théorie rappelée au §A.I du chapitre 2. Dans le cas de la configuration simplifiée en 2D axisymétrique avec entaille initiale, le glissement entre les deux pièces n'est pas représenté dans la direction tangentielle. Par conséquent, l'élévation de la température due au frottement ne peut pas être directement calculée au cours de la simulation en fonction notamment du coefficient de frottement considéré et de la vitesse angulaire imposée. On propose de prendre en compte cet échauffement de manière indirecte en

imposant un flux de chaleur sur la surface de contact appartenant au bossage comme indiqué sur la figure V.21. Notons que l'on choisit d'exclure le rayon du défaut initial de la surface de définition du flux, impliquant alors l'hypothèse que l'extrémité du filet de vis n'est à aucun moment en contact avec le fond du taraudage. On rappelle que cet aspect est discuté au cours du §A.II.1 du deuxième chapitre, discussion au cours de laquelle on montre que ce contact n'existe effectivement pas à la fin de l'indentation, l'inconnu étant de savoir à partir de quelle profondeur d'indentation ce contact n'existe plus.

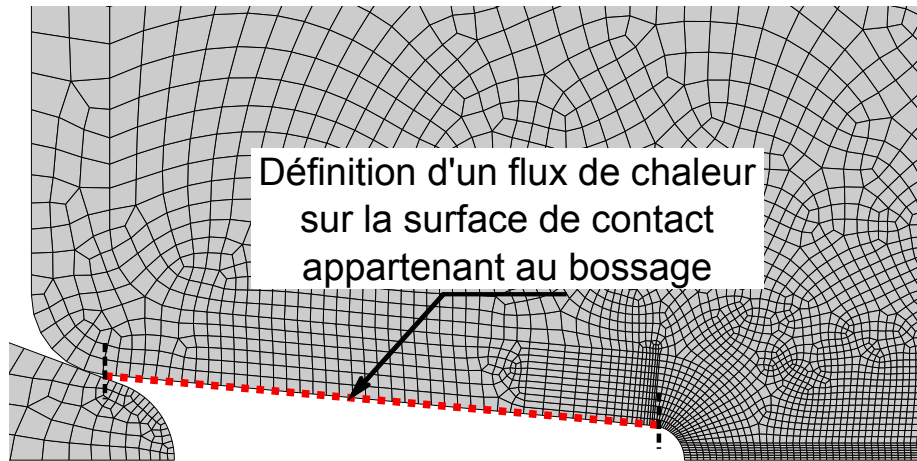


FIGURE V.21 – Définition d'un flux de chaleur sur la surface de contact appartenant au bossage afin de prendre en compte indirectement l'élévation de la température due à la friction.

Ce flux est définie en s'appuyant sur les résultats des essais conduits en thermographie infrarouge présentés au §A.I du chapitre 2. Ainsi ces résultats montrent qu'au cours de la phase de vissage-taraudage la vitesse de l'échauffement de la surface extérieure de la vis est d'environ 50°C/s à la vitesse de rotation imposée de 400 tr/min, sachant que dans le cas le plus défavorable la température initiale au début du taraudage vaut à peu près 60°C . On choisit alors d'imposer sur la surface considérée un flux de chaleur en convection forcée ($\varphi = h(T - T_e)$) défini en considérant une température extérieure T_e initiale de 60°C ainsi qu'une vitesse d'échauffement \dot{T}_e de 50°C/s , la température maximale étant fixée à 85°C . En ce qui concerne le coefficient d'échange convectif h , celui-ci est choisi très élevé ($1000 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$) de façon à imposer rapidement la température extérieure aux nœuds appartenant à la surface de définition du flux. Finalement, les conditions limites des autres surfaces sont inchangées par rapport au calcul précédent.

A.IV.3.2 Influence de l'élévation de la température sur le champ d'endommagement

On précise que ce deuxième calcul thermomécanique est réalisé en considérant la vitesse d'indentation représentative du procédé à savoir 2 mm/s . De cette manière, on verra comment

l'élévation de la température compense l'effet de vitesse d'indentation évoquée plus haut. On visualise tout d'abord sur la figure V.22 l'évolution du champ de température sur la structure globale au cours du chargement. On voit notamment qu'à la fin du taraudage la température est supérieure à 50°C sur une couche d'environ 100 μm au dessus du filet. Le comportement mécanique du matériau dans cette zone est donc fortement adouci dès le début du taraudage. Le déplacement d'ouverture d'entaille provoqué par l'indentation du filet se confine aux alentours des points environnant les contacts. Une grande partie de ce déplacement appliqué se traduit en « poinçonnement » au niveau du contact. La partie qui participe à l'ouverture de fond d'entaille s'en trouve diminuée. On assiste donc à une non-linéarité de l'ouverture d'entaille imposée au cours du chargement. Nous schématisons ce phénomène dû à l'élévation de la température au niveau du contact métal/polymère par une diminution de l'effet de levier ressenti au niveau du fond d'entaille.

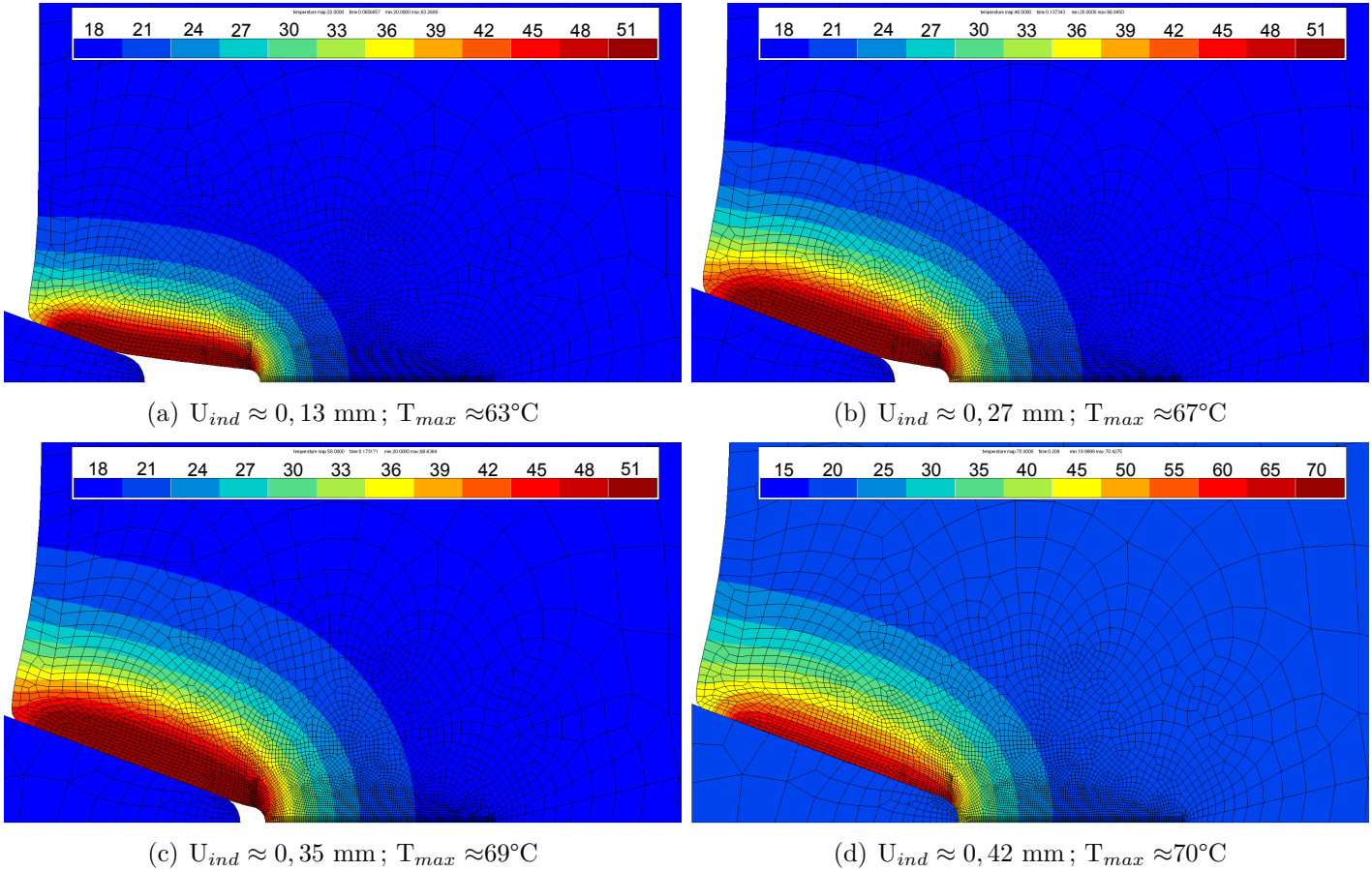


FIGURE V.22 – Juxtaposition image par image des résultats de la simulation du procédé avec prise en compte de l'élévation de la température due à la friction (vitesse d'indentation imposée égale à 2 mm/s) : Mise en évidence de l'évolution du champ de température sur la structure globale au cours du chargement.

La figure V.23 montre l'évolution de la température en fond d'entaille. L'augmentation (de l'ordre de 25°C) est, rappelons-le, due à la conduction provenant de la source de chaleur au

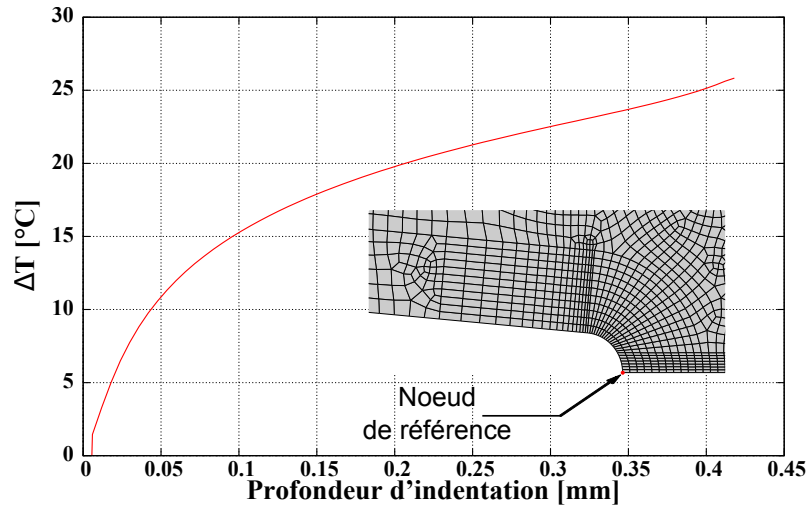


FIGURE V.23 – Augmentation de température prévue par la simulation en fond de taraudage à 2 mm/s (calcul thermomécanique avec prise en compte de l'échauffement due à la friction).

niveau des lèvres de l'entaille. Cette fois, la simulation thermo-mécanique prend en compte cette élévation de la température dans les coefficients matériau de la loi de comportement. En fond d'entaille, le déplacement appliqué ressenti est plus faible et le matériau plus mou.

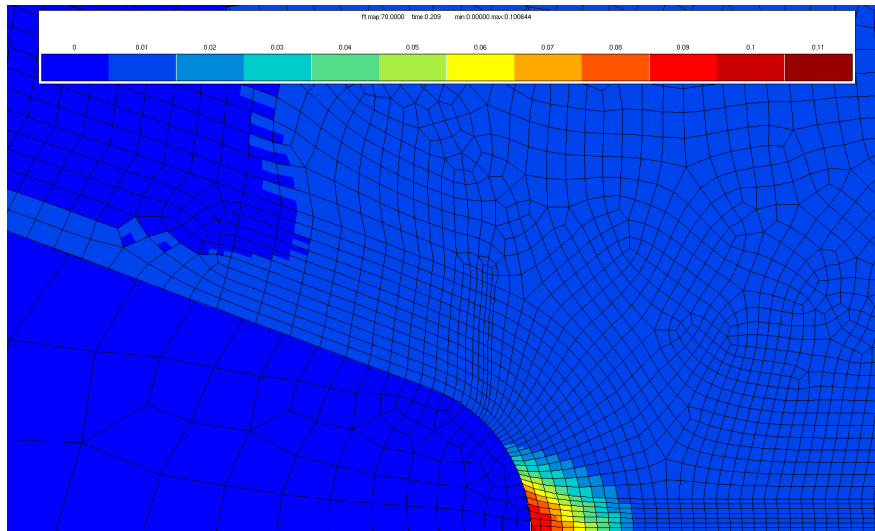


FIGURE V.24 – Simulation du procédé avec prise en compte de l'élévation de la température due à la friction (vitesse d'indentation imposée égale à 2 mm/s) : Mise en évidence du taux de porosité en fond du taraudage à la fin de l'indentation ($f_{t(max)} \approx 10\%$).

La figure V.24 révèle les isovaleurs du taux de porosité en fond d'entaille correspondant à la profondeur d'indentation maximum. Le maximum de porosité reste localisé en fond d'entaille (profil plasticité confinée dû à l'effet de vitesse) tandis que son niveau maximal ne vaut désormais plus que 10%. Nous attribuons cela à l'effet combiné de la baisse de l'effet de levier et

de l'adoucissement dû à l'élévation de la température locale. Ce résultat important revêt une portée industrielle très intéressante. Nous comptons l'exploiter pour trouver des conditions de vissage optimisées en termes de vitesse de vissage-taraudage et couple de serrage.

A.V Tentative d'une modélisation de l'assemblage en 3D

Mentionnons le fait que plusieurs tentatives de modélisation du système en 3D, effectuées au début du travail de simulation du procédé industriel, avaient justement montré la nécessité de commencer par étudier la faisabilité d'une telle simulation à partir d'une configuration simplifiée en 2D axisymétrique. Le temps de calcul en considérant une structure en 3D avait en effet été jugé trop élevé devant le nombre conséquent d'itérations nécessaires pour justement conduire l'étude préliminaire de faisabilité. Notons que plusieurs calculs en considérant différents maillages constitués d'éléments cubiques linéaires avaient ainsi été réalisés. Le dernier maillage testé correspond à celui de la figure V.25 s'obtenant en effectuant d'une part la révolution du maillage 2D du profil de la vis autour de l'axe Z en suivant la trajectoire d'une hélice conique et d'autre part la révolution du maillage 2D du bossage autour de l'axe Z en suivant la trajectoire d'une hélice constante (pas de l'hélice égal à celui de la vis). On impose alors une vitesse angulaire au nœud indiqué sur la figure ainsi qu'une vitesse de déplacement suivant l'axe -Z à l'ensemble des nœuds appartenant à la vis, vitesse égale à $V_z = (p/2\pi) \cdot \dot{\alpha}$ avec p le pas de la vis (rappel : pas de la vis standard égal à 2,1 mm). Comme on peut le voir sur la figure cette configuration de calcul ne considère qu'une révolution de 90° du maillage 2D du bossage afin de réduire au maximum les temps de calcul. Les nœuds situés sur le plan de symétrie (x=0, y, Z) du quart de la structure du bossage sont bloqués suivant l'axe x et ceux sur le deuxième plan de symétrie (x, y=0, Z) bloqués suivant l'axe y.

Ainsi un tel calcul mené jusqu'à son terme, c'est à dire au moins lorsque la profondeur d'indentation atteint le seuil critique avant l'arrêt du calcul pour cause d'élément distordus ($\approx 0,15$ mm), avait été jugé trop coûteux en temps et une configuration simplifiée en 2D axisymétrique avait alors été envisagée. On montre à titre indicatif dans la figure V.26 plusieurs images juxtaposées du bossage se déformant progressivement au fur et à mesure de l'augmentation de l'angle de rotation du filet de vis.

Remarquons par ailleurs que ce coût est encore plus important lorsque la stratégie de calcul alternative décrite dans le paragraphe précédent afin de prédire l'endommagement introduit au cours du taraudage est étendue en 3D en s'appuyant sur la configuration de calcul de la figure V.25. Le défaut intuitif est alors implanté dans la structure du bossage ce qui conduit au maillage de la figure V.27.

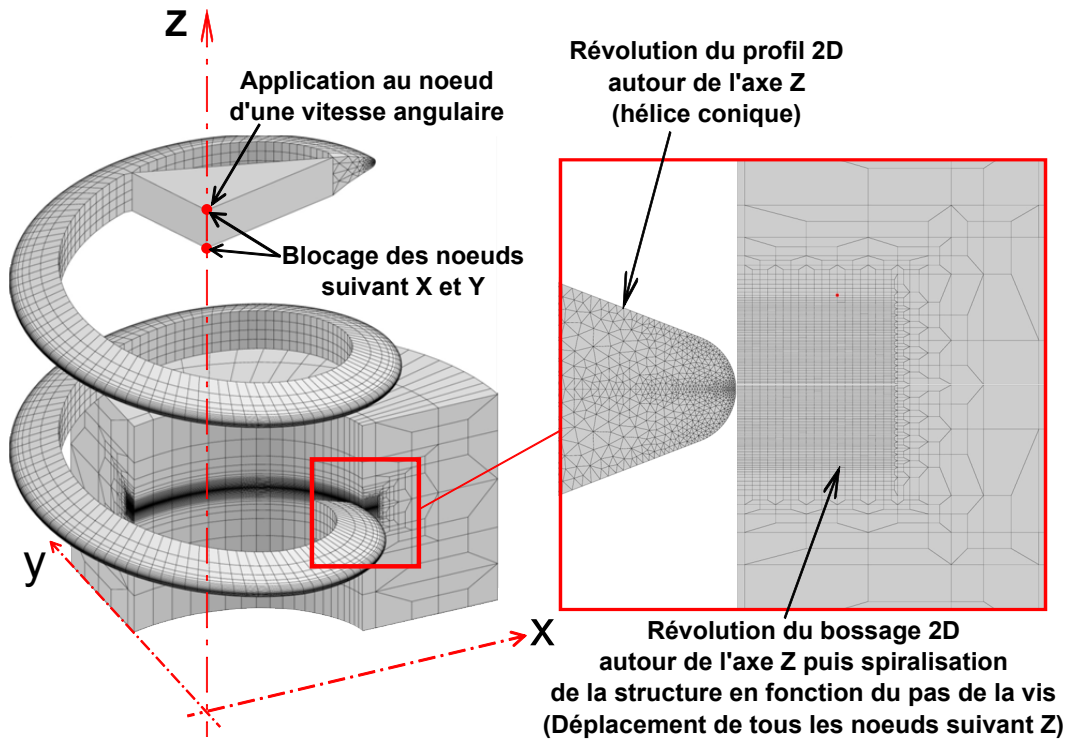


FIGURE V.25 – Maillage de l'assemblage bossage + filet vis autotaraudeuse en configuration standard constitué d'éléments cubiques.

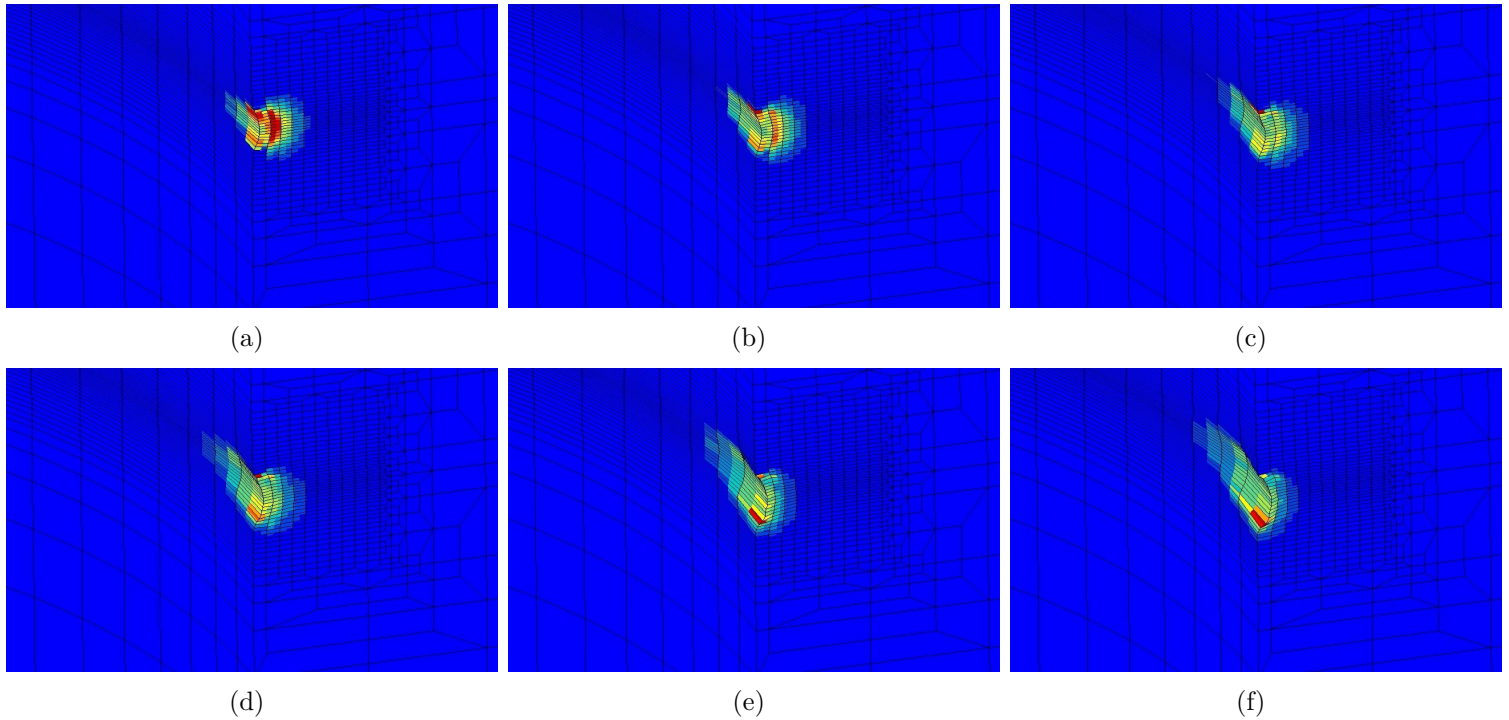


FIGURE V.26 – Juxtaposition image par image montrant le début de la formation du taraudage simulée en s'appuyant sur une configuration de calcul en 3D.

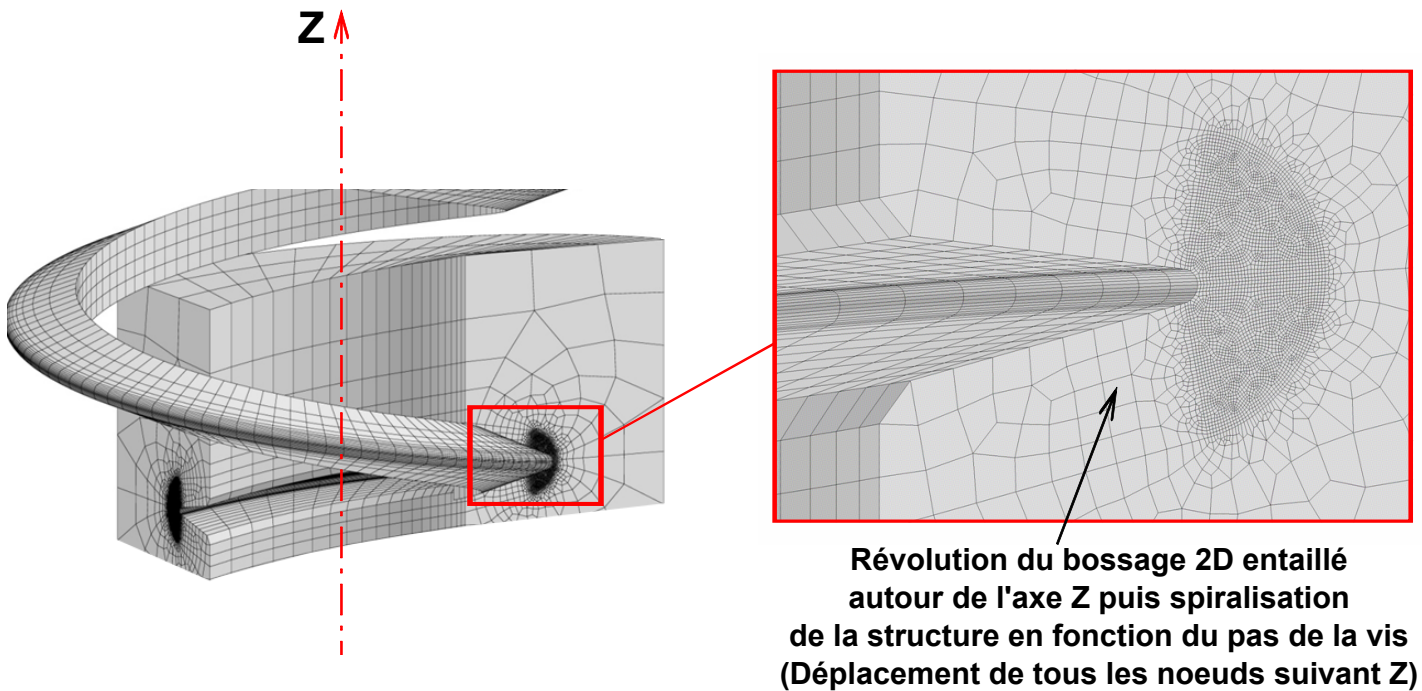


FIGURE V.27 – Maillage de l'assemblage bossage + filet vis autotaraudeuse en configuration standard constitué d'éléments cubiques et en considérant un défaut initial intuité pour permettre la prévision de l'endommagement se développant près du fond du taraudage.

B Applications aux problématiques industrielles

On souhaite finalement mettre en avant les potentiels d'applications industrielles du modèle proposé dans ce travail. En effet, on rappelle que la capacité du modèle à pouvoir prévoir l'évolution des dommages au cours d'un chargement thermo-mécanique multiaxial ainsi que l'amorçage et la propagation d'une fissure induit un large champ d'applications. Ainsi, un tel modèle est susceptible d'être employé au niveau de l'étape de dimensionnement de toutes pièces plastiques moulées par injection avec le grade de POM étudié au cours de cette étude. A noter que celui-ci est notamment en mesure d'estimer la résistance mécanique de l'assemblage produit. Nous illustrons deux exemples ci-après.

B.I Détermination des conditions optimales de vissage-taraudage serrage

B.I.1 Position du problème

A l'issue de la section A.IV.3, on est en mesure d'établir la carte de fonctionnement du procédé d'assemblage par vissage-taraudage dans les matières plastiques. On entreprend donc de l'élaborer en étudiant la réponse thermomécanique simulée du bossage en POM dans une

gamme de vitesses angulaires de vis comprise entre 50 tr/min et 800 tr/min. Les vitesses de rotation explorées sont 50, 100, 125, 150, 175, 200, 500 et 800 tr/min. On réalise ainsi à chacune de ces vitesses un calcul thermomécanique couplé du même type que ceux menés à la section citée. Tout l'enjeu consiste alors à adapter le chargement thermique en fonction de la vitesse considérée. Rappelons que les mesures de températures obtenues par thermographie infrarouge avaient permis de mettre en exergue l'histoire du chargement thermique d'un point situé sur l'interface de contact appartenant au polymère au cours du vissage-taraudage (cf. figure II.14 au §A.I.2 du deuxième chapitre). On s'appuie donc directement sur ces deux courbes extrapolées afin de calibrer pour chaque vitesse le flux de chaleur dû à la friction que l'on impose sur la surface de contact métal/polymère. Ainsi par exemple à la vitesse de rotation de 200 tr/min, la température initiale considérée, c'est à dire au moment où le premier contact est établi entre la vis et le bossage, est de 47,5°C. Par ailleurs, la température associée à l'instant de fin du taraudage, à savoir lorsque la pointe du filet atteint le fond de l'entaille initiale du bossage, vaut 67,5°C. Concernant le chargement mécanique associé à la vitesse angulaire de 200 tr/min, la vitesse d'indentation imposée au filet de vis est de $200 \times 2 / 500 = 0,8$ mm/s, 2 mm/s étant la vitesse d'indentation correspond à 500 tr/min. On procède ainsi de la sorte pour l'ensemble des vitesses de la gamme choisie. On souhaite également explorer la phase de serrage de l'assemblage qui succède à celle de vissage-taraudage. Afin d'intégrer cette étape finale du procédé dans la simulation, on prévoit une deuxième séquence de chargement consistant en une vitesse de déplacement vertical imposé au filet lorsque celui-ci arrive en butée sur la surface du fond d'entaille. A noter que cette vitesse est choisie identique à celle d'indentation. Précisons aussi que l'on impose un déplacement vertical maximal de 0,05 mm, valeur à laquelle on considère que le serrage est terminé (cf. figure V.28). Concernant le chargement thermique, on considère que lorsque la phase de serrage débute la température à l'interface de contact cesse d'augmenter et devient constante au cours du temps, étant donné qu'il n'y a plus d'apport de chaleur due à la friction. On s'intéresse alors par la suite aux deux paramètres de montage importants : la force de serrage (proportionnelle au couple de serrage) et le taux de porosité en fond d'entaille, qui mesure l'état d'endommagement du bossage et qui contrôle sa tenue mécanique. Ces deux paramètres seront étudiées en fonction de la vitesse de vissage qui impose le champ de température dans la zone endommagée.

B.I.2 Domaine «autorisé» - Marge de sécurité

Tout d'abord, la figure V.29 montre une augmentation relativement constante de la force de serrage (résultante des composantes d'efforts de réaction suivant les directions radiale et axiale) avec l'élévation de la vitesse angulaire de vis, résultante qui est on le rappelle est proportionnelle au couple de serrage appliqué. Cette augmentation est due à la viscosité du polymère. Nous n'avons pas d'information sur les limites basse et haute éventuelles du couple de serrage. C'est

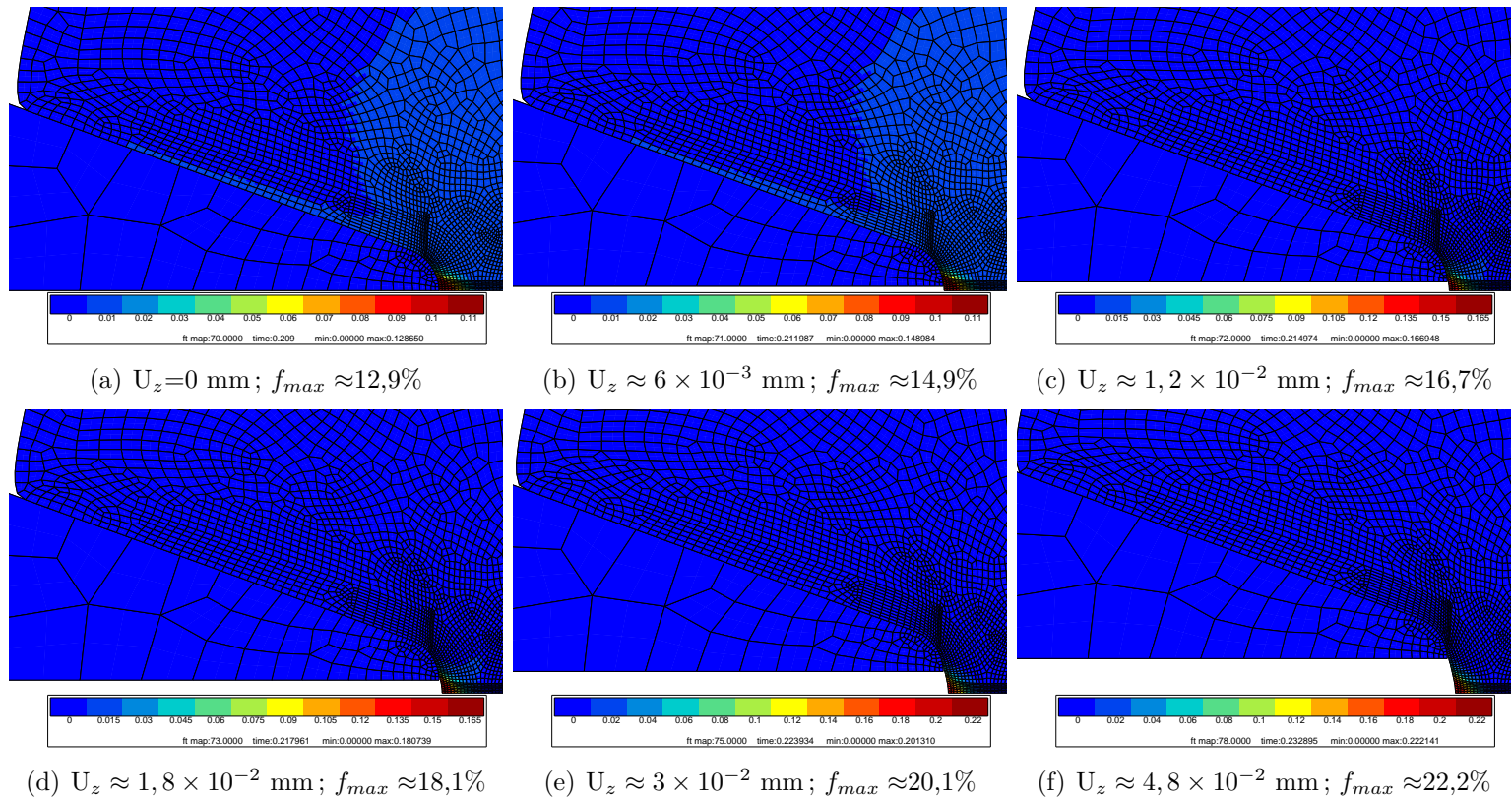


FIGURE V.28 – Juxtaposition image par image des résultats de la simulation de la phase de serrage du procédé d’assemblage : Mise en évidence de l’évolution du taux de porosité en fond de taraudage au cours du chargement (vitesse de déplacement vertical du filet de vis imposée égale à celle d’indentation, soit 2 mm/s lorsque la vitesse de rotation est de 500 tr/min).

le procédé industriel qui les dicte.

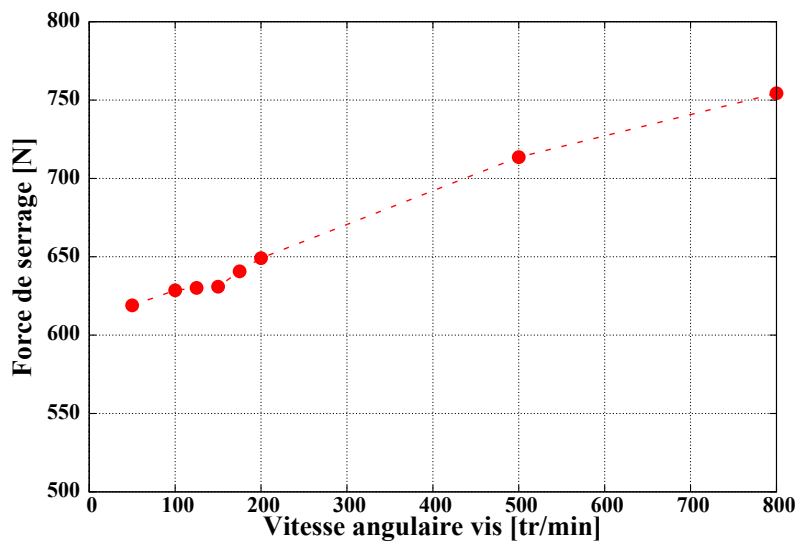


FIGURE V.29 – Évolution de la force de serrage en fonction de la vitesse angulaire de la vis.

La figure V.30 va permettre de fournir des informations précieuses sur lesquelles peut s’ap-

puyer le choix stratégique de la vitesse angulaire optimale du procédé. En effet, connaissant d'une part l'évolution du taux de porosité maximal en fond de taraudage et d'autre part l'effort de serrage, tous deux en fonction de la vitesse de rotation imposée, on est en mesure d'apprécier la gamme de vitesse de vissage adéquate permettant d'assurer la tenue mécanique de l'assemblage. La courbe basse rouge représente le taux de porosité maximal atteint à la fin du vissage-taraudage tandis que celle haute bleue trace l'évolution de cette porosité maximale à la fin du serrage (cf. figure V.28). Les deux courbes révèlent une inflexion à la vitesse de rotation de 150 tr/min, valeur au delà de laquelle on prévoit une hausse continue du taux de porosité maximal en fond d'entaille. La porosité critique de 65% n'est atteinte que pour une vitesse de rotation très faible et à la température ambiante. Nous esquissons ici la méthodologie permettant d'utiliser une telle courbe à des fins de dimensionnement du procédé de vissage. Le critère de rupture est constitué par le tracé de l'évolution de la porosité critique en fonction de la température. Faute de données expérimentales, nous en avons proposé l'évolution dans le modèle numérique (cf. §B.III du quatrième chapitre & figure V.16). En combinant, cette dernière avec la courbe d'évolution de la température en fond d'entaille en fonction de la vitesse de vissage (cf. figure II.14, on est en mesure de tracer dans la figure V.30 (Triangles rouges) la porosité critique en fonction de la vitesse de vissage. Cette courbe, critère de rupture, partage le diagramme de la figure V.30 en deux domaines : au dessus de cette courbe c'est un domaine interdit de conception tandis que l'espace en dessous représente le domaine «autorisé». L'écart relatif entre la courbe de porosité en fin de serrage et la courbe de porosité critique représente la marge de sécurité - en termes de taux de porosité - dont dispose l'assemblage à la fin de l'opération. Nous avons tracé en ligne verte continue, selon un deuxième axe des ordonnées l'évolution de cette marge de sécurité en fonction de la vitesse de vissage. Elle est maximale pour 150 tr/min ($\approx 88\%$). Ainsi, en termes de «dimensionnement de structure», on choisit de prendre position, en faisant bien entendu abstraction des critères d'ordre économique qui imposent une certaine cadence d'assemblage minimale, en concluant que le point de fonctionnement optimal du procédé correspond à 150 tr/min, celui-ci induisant un endommagement minimal introduit au montage ainsi qu'un effort au serrage encore peu impacté par l'effet de vitesse du matériau. Notons cependant qu'à 500 tr/min, selon cette analyse il y a encore suffisamment de marge de sécurité ($\approx 72\%$). Cette situation se poursuit même jusqu'à 800 tr/min ($\approx 64\%$). On comprend l'importance essentielle de l'établissement de cette courbe de la porosité critique en fonction de la température. En effet, à supposer que cette courbe intersecte celle de l'endommagement maximal en fond d'entaille, la vitesse de vissage correspondant à cette intersection constitue celle maximale autorisée.

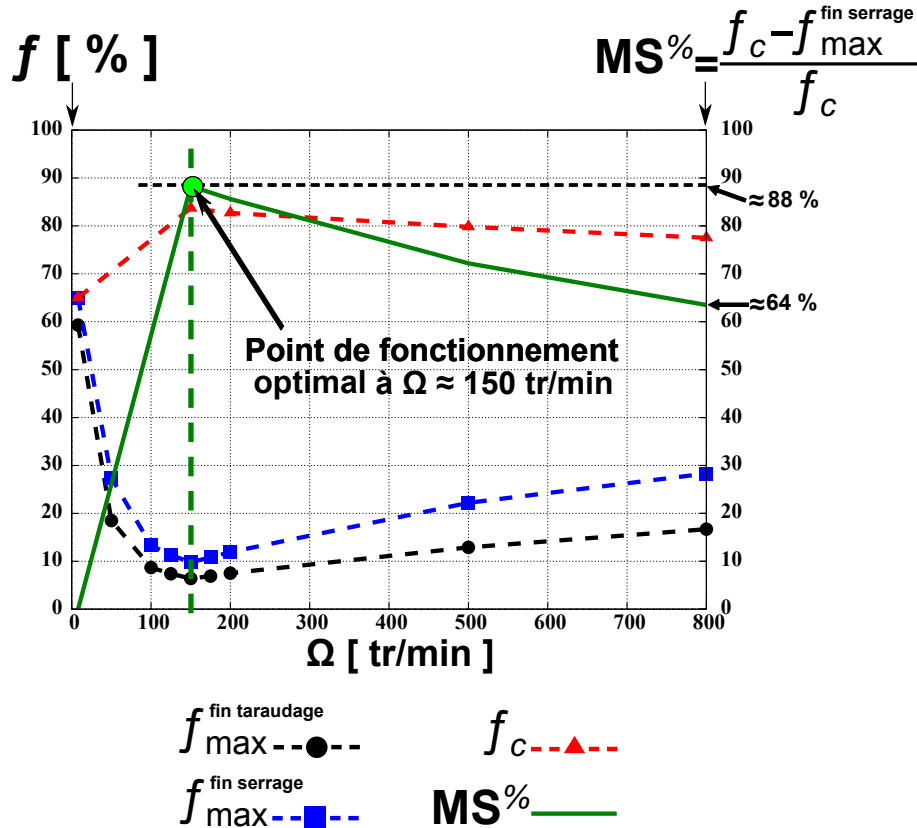


FIGURE V.30 – Évolution du taux de porosité maximal en fond de taraudage en fonction de la vitesse angulaire de la vis : résultats prévus par la simulation à la fin du taraudage et du serrage - Superposition de la marge de sécurité relative.

B.II Prédiction par le calcul d'un assemblage vis polymère/écrou polymère

B.II.1 Position du problème

Nous proposons dans cette partie de présenter les résultats d'une simulation menée en trois dimensions du vissage puis du serrage d'un assemblage vis polymère (POM)/écrou polymère (POM) à pas métrique. Précisons que cette simulation fait suite à une proposition d'amélioration technique faite par l'industriel à la fin de ce projet consistant à injecter d'une part un bossage pré-taraudé en remplacement du bossage initialement lisse et d'autre part une vis à pas métrique. Cette solution doit ainsi permettre d'éviter la phase de taraudage qui, comme démontré dans cette étude, s'accompagne de l'apparition d'un endommagement près du fond du taraudage et qui remet partiellement en cause l'intégrité de la pièce. On peut d'abord voir sur la figure V.31 le maillage 3D de la structure considérée. On précise que ce calcul est réalisé en se plaçant dans les mêmes conditions que celles utilisées lors des précédentes simulations présentées dans ce chapitre. Concernant les conditions limites du problème, on impose une vitesse

angulaire au nœud maître d'un corps rigide englobant l'ensemble des nœuds sur la surface de la tête de vis comme indiqué sur la figure. A noter que les nœuds esclaves du corps rigide sont situés à l'intérieur de l'empreinte dans laquelle est introduite la clé d'assemblage. On prévoit par ailleurs un jeu initial entre le filetage de la vis et la surface du taraudage de quelques micromètres en faisant en sorte que celui-ci soit légèrement supérieur au gap indiqué dans le fichier de mise en donnée où sont définis les interfaces de contact. On définit par ailleurs le contact entre la tête de vis et le bossage afin de simuler le plaquage de la surface sous la tête de vis sur celle du bossage, plaquage permettant ensuite de simuler la mise en tension de l'assemblage.

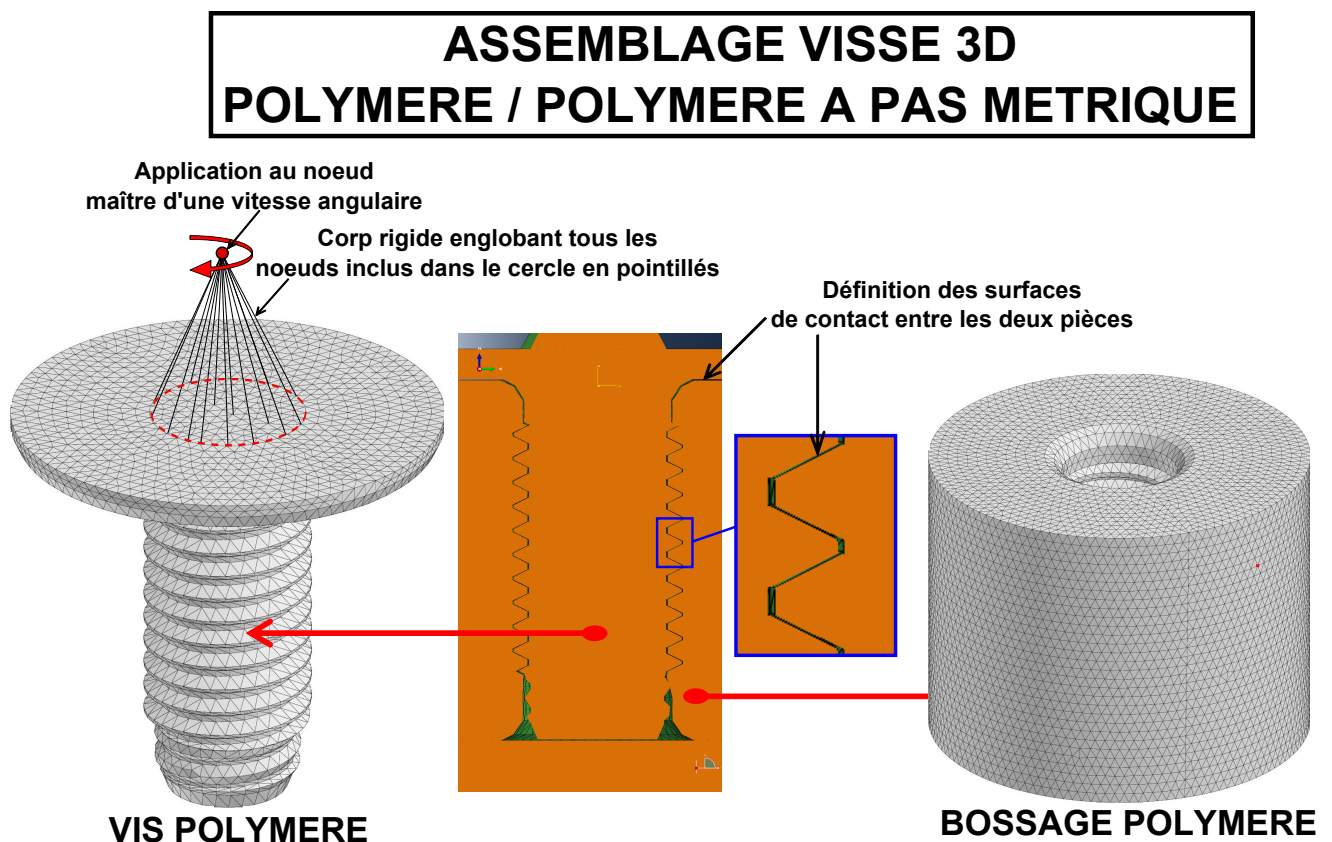


FIGURE V.31 – Maillage d'un assemblage vis polymère (POM)/écrou polymère (POM) à pas métrique constitué d'éléments 3D prismatiques et mise en évidence de certaines conditions limites du calcul.

B.II.2 Prévion de la localisation du maillon faible de l'assemblage

On présente les résultats de ce calcul en juxtaposant tout d'abord dans les figure V.32 et V.33 les images de la simulation mettant en évidence l'apparition de l'endommagement en surface au cours de la mise en tension de l'assemblage. Ainsi on constate que la simulation prévoit le développement d'une zone d'endommagement située sur la vis et à hauteur du début du filetage.

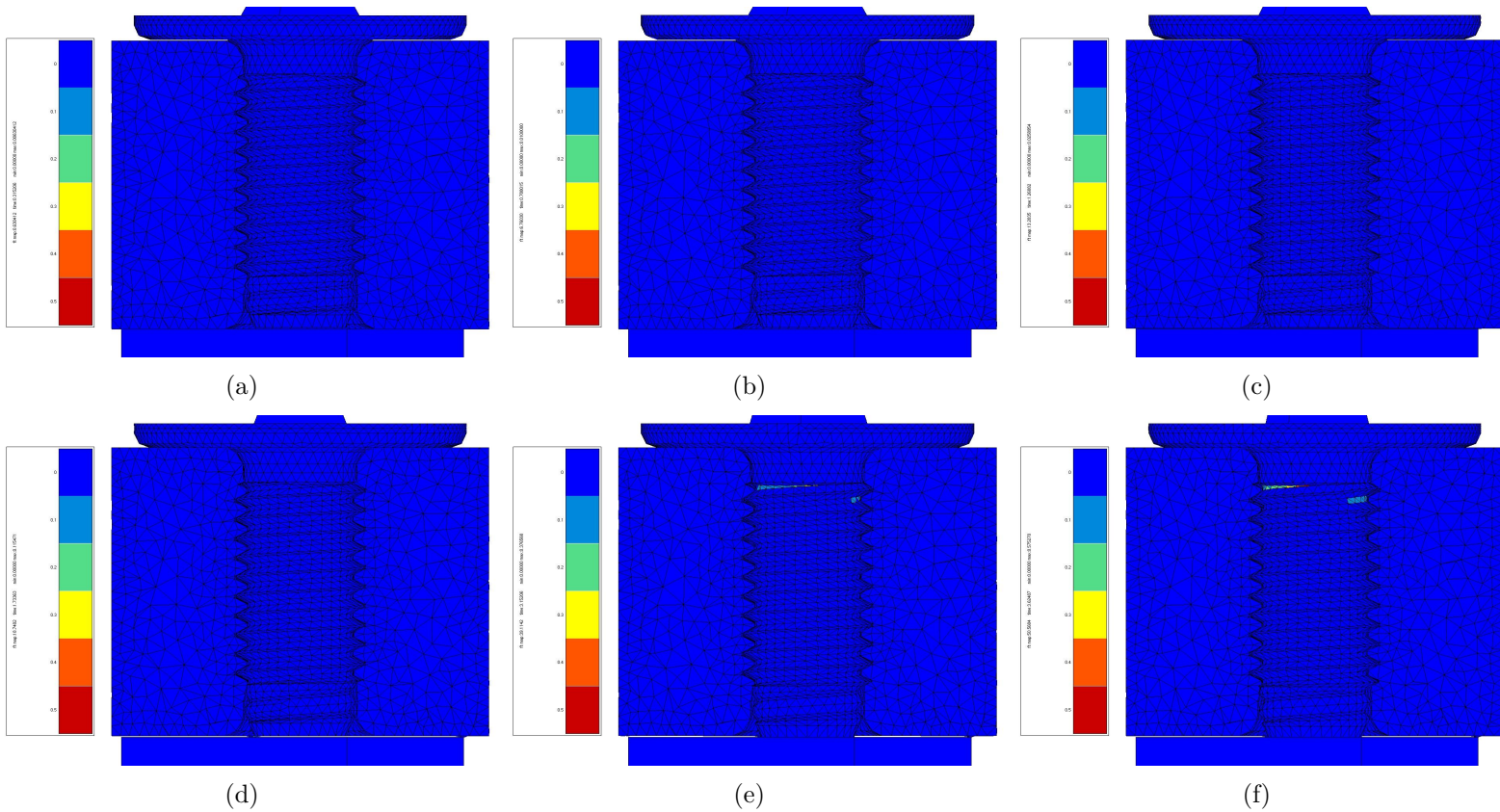


FIGURE V.32 – Juxtaposition image par image de la simulation du vissage puis du serrage sur un assemblage vis polymère (POM)/écrou polymère (POM) à pas métrique : mise en évidence de l’endommagement de l’évolution de l’endommagement apparaissant en surface au cours de la mise en tension de l’assemblage (Poster 1/2).

Finalement, le critère de rupture dont dispose le modèle GTN permet de prévoir la position de l’amorçage de la propagation d’une fissure, qui, comme l’indique la figure V.34, intervient au sein de la zone endommagée sur la vis et à partir d’un certain couple limite au delà duquel on assiste à la ruine de l’assemblage.

Conclusion

Ce dernier chapitre s’est achevé en présentant les résultats de la mise en application industrielle du modèle GTN identifié. Dans un premier temps, une étude de faisabilité de la simulation numérique du procédé de vissage-taraudage a permis de mettre en évidence les verrous d’ordre numérique ne permettant pas de simuler de façon réaliste la phase de taraudage jusqu’à l’amorçage de la fissure constatée expérimentalement dans le prolongement du filet de la vis autotaraudeuse. Ainsi on a tout d’abord évoqué le fait qu’en l’absence d’une fonction de remaillage en cours de calcul, suffisamment fiable dans le cas du modèle GTN implémenté en grandes déformations, la simulation venait à s’interrompre de façon prématurée à cause de

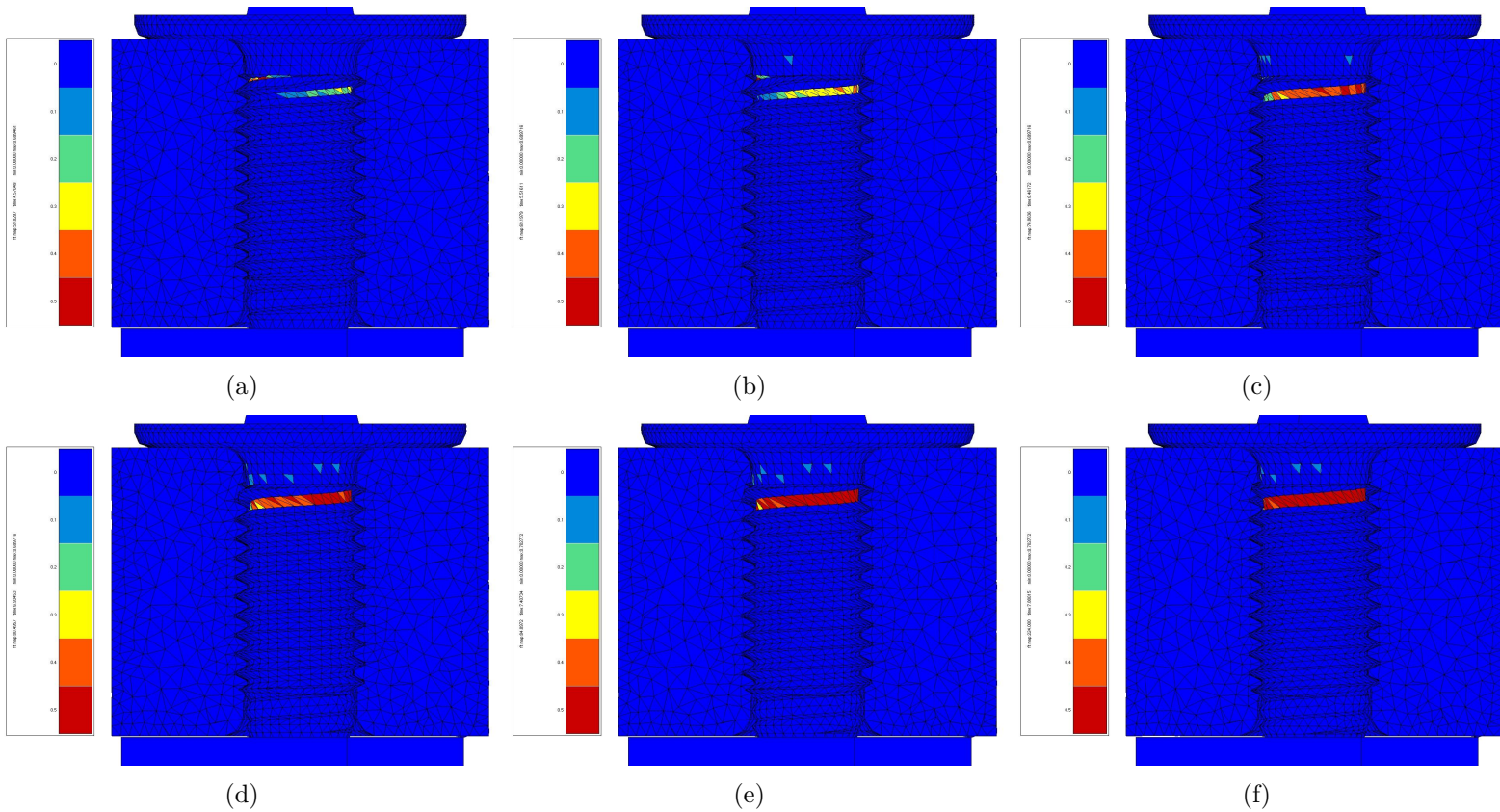


FIGURE V.33 – Juxtaposition image par image de la simulation du vissage puis du serrage sur un assemblage vis polymère (POM)/écrou polymère (POM) à pas métrique : mise en évidence de l'endommagement de l'évolution de l'endommagement apparaissant en surface au cours de la mise en tension de l'assemblage (Poster 2/2).

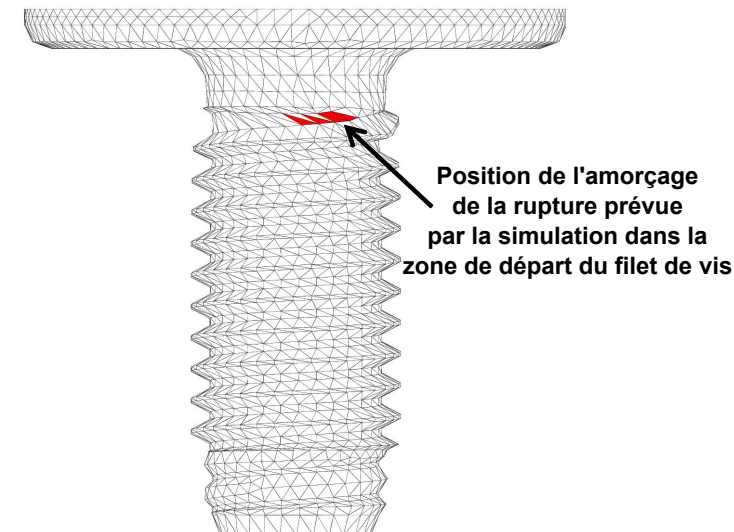


FIGURE V.34 – Position de l'amorçage de la rupture prévue par la simulation avec le modèle GTN sur l'assemblage vissé vis polymère(POM) / bossage polymère(POM) à pas métrique.

l'obtention d'un jacobien négatif dû à la distorsion de l'un des éléments situé à l'interface de contact entre la vis et le bossage. En attendant de pouvoir utiliser cette fonction de remaillage, une stratégie de simulation alternative a été proposée afin de mener à bien la simulation du procédé depuis l'amorçage de la fissure jusqu'à la fin de sa propagation au sein du bossage. Cette stratégie consiste à considérer une entaille présente initialement dans le bossage et dont l'ouverture est imposée par l'avancée du filet de la vis. Au fur et à mesure de l'ouverture de l'entaille, l'endommagement près du fond de celle-ci se développe et une fois le taux de porosité critique f_c atteint on assiste à l'amorçage puis à la propagation d'une fissure de nature proche de celle observée expérimentalement.

La prise en compte de l'élévation de la température au cours de la phase de vissage-taraudage a ensuite été abordée grâce à des calculs thermomécaniques couplés. Le calcul mécanique produit un auto-échauffement local du matériau dû à la dissipation d'une partie de la puissance plastique en chaleur tandis que le champ de température résultant du calcul thermique change les paramètres matériaux du modèle mécanique. Dans le but d'estimer l'état de l'endommagement à la fin du processus de vissage-taraudage, deux types de calculs couplés ont été effectués. Le premier consiste à imposer une température constante de 20°C en surface, la seule source de chaleur étant l'auto-échauffement. Cet auto-échauffement se diffuse dans le polymère par conduction et les paramètres matériaux sont mis à jour en fonction de la température. Il a été montré dans ces conditions que l'élévation de la température ne dépasse pas 5°C aux deux vitesses d'indentation considérées 2 mm/min et 2 mm/s. L'augmentation de la vitesse, ne s'accompagnant pas d'élévation de température, rigidifie le comportement du matériau. Le profil d'endommagement est similaire au cas d'une plasticité confinée où le maximum se localise en fond d'entaille. Le niveau du taux de porosité est plus faible car la déformation plastique est réduite. Dans le second calcul, on considère une vitesse d'indentation de 2 mm/s et on impose sur les lèvres de l'entaille une température initiale de 60°C, une vitesse d'échauffement de 50°C/s ainsi qu'une température maximale de 85°C. Ces données s'appuient sur les résultats expérimentaux de l'expérience de thermographie. Ce flux de chaleur imposé provoque un adoucissement marqué du comportement mécanique du polymère aux alentours du filet de vis qui se traduit par une baisse de l'ouverture d'entaille imposée au cours du chargement. De ce fait, le niveau d'endommagement baisse dans la zone taraudée par rapport au premier type de calcul couplé effectué à la même vitesse. Dans ce cas, le profil d'endommagement est toujours du type plasticité confinée et son niveau baisse. Deux applications directes destinées à l'industriel sont décrites dans la dernière partie de ce chapitre. La première fournit le diagramme permettant de réunir les conditions optimisées de vitesse de vissage et couple de serrage pour fiabiliser l'assemblage, avec en plus la marge de sécurité associée. Le dernier calcul numérique réalisé en trois dimensions, simule le vissage puis le serrage d'un assemblage vis polymère (POM)/écrou polymère (POM) à pas métrique. Cet exemple a permis d'estimer par simulation simulation,

la tenue mécanique de l'assemblage en question en localisant le point faible de la structure.

Bibliographie

- [Boisot, 2009] Boisot, G. (2009). Mécanismes et modélisation mécanique de la déformation, de l'endommagement et de la rupture du PolyAmide 11 pur et renforcé choc. PhD thesis, École Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [Ranc, 2003] Ranc, N. (2003). Couplage thermomécanique. Number af5042, Editions T.I.
- [Ricard et al., 2013] Ricard, J., Laiarinandrasana, L. & Guigné, F. (2013). Soumis à Engineering Fracture Mechanics .
- [Ticona, 2006] Ticona (2006). Brochure «Hostaform®Polyoxymethylene Copolymer (POM)».

Conclusion générale

Ce projet de recherche a été initié par PSA Peugeot Citroën afin d’optimiser un procédé d’assemblage par vissage-taraudage dans les matières plastiques en faisant appel à la simulation numérique par éléments finis.

L’une des premières investigations a été d’analyser au MEB et par tomographie synchrotron la zone taraudée sur un insert de fixation moulé par injection (pièce industrielle de référence) constitué d’un grade de POM modifié choc. Ces observations ont permis de révéler tout d’abord l’existence d’une fissure d’une longueur d’environ $50\text{ }\mu\text{m}$ dans le prolongement du filet de vis en fond de taraudage. De plus, celles-ci ont montré à plus faible échelle que la microstructure dans le «process zone» est similaire à celle décrite par Kausch [Kausch, 1976]. Elle témoigne d’un endommagement local se développant progressivement par cavitation intense en avant du fond de fissure. Une fissure principale se propage alors lorsque le ligament de matière entre le fond d’entaille et les cavités coalescées est cassé [Ben Hadj Hamouda et al., 2009]. Ainsi cette analyse nous a amenés à utiliser l’approche locale de la rupture, telle que celle définie par Pineau [Pineau, 2006] mais appliquée à un matériau polymère. De par le niveau élevé des déformations plastiques ainsi que la forte cavitation observée près du fond du taraudage, il apparaissait incontournable de résoudre ce problème de mécanique de la rupture en utilisant une approche locale tenant compte des mécanismes de déformation et d’endommagement au sein du matériau polymère au cours d’un chargement multiaxial. Par ailleurs, l’investigation du procédé industriel avait également pour but de quantifier l’élévation de la température due à la friction lors du vissage entre le filet de la vis autotaraudeuse et la surface du taraudage. Ainsi la température superficielle à l’interface de contact a été mesurée tout au long du procédé grâce à une caméra thermique haute résolution. Les mesures ont été réalisées dans une gamme de vitesses de rotation de vis comprise entre 150 et 400 t/min. Celles-ci ont indiqué que la température superficielle maximale, de l’ordre de 85°C , était quasiment constante en fonction de la vitesse de rotation.

Ainsi la stratégie de caractérisation du comportement du matériau a été construite en s’appuyant d’une part sur un certain nombre d’études, telles que celles menées au laboratoire par Lafarge [Lafarge, 2004], Regrain [Regrain, 2009] ou bien encore Boisot [Boisot, 2011], et d’autre part sur les résultats expérimentaux issus de l’investigation du procédé. Le comportement du

matériau au sens large a donc été caractérisé en suivant une approche expérimentale multi-échelles.

Une attention toute particulière a été portée sur la nature et l'élaboration des éprouvettes de traction. En effet, plusieurs observations au microscope optique de la microstructure sphérolitique du matériau dans la zone sollicitée de la pièce industrielle. Celles-ci ont montré que la microstructure est hétérogène à l'échelle de la profondeur maximale de pénétration du filet dans la matière, dont la valeur est de $500\text{ }\mu\text{m}$. En effet, les résultats ont révélé qu'au cours du taraudage le filet indente tout d'abord une première couche de peau (diamètre moyen sphérolites $< 10\text{ }\mu\text{m}$) sur une profondeur d'environ $80\text{ }\mu\text{m}$ puis atteint une seconde couche intermédiaire (sphérolites «comètes» de diamètre moyen $\approx 25\text{ }\mu\text{m}$) dont l'épaisseur vaut à peu près $120\text{ }\mu\text{m}$. Une fois traversées les deux premières couches sur une profondeur de l'ordre de $200\text{ }\mu\text{m}$, le filet termine sa course en indentant la couche de cœur (diamètre moyen sphérolites $\approx 70\text{ }\mu\text{m}$) sur les $300\text{ }\mu\text{m}$ restants. Plusieurs essais de nano-indentation instrumentés dans les trois couches ont ensuite permis de quantifier l'hétérogénéité du module de Young induite par l'hétérogénéité microstructurale observée. L'écart relatif obtenu entre la couche de cœur et celle de peau est d'environ 19% soit une valeur effectivement élevée du point de vue de l'échelle du problème de mécanique associé au procédé industriel. On précise que ce gradient associé au module de Young a été négligé étant donné la complexité du problème. Il est alors apparu plus représentatif de convertir la pièce industrielle en éprouvette de traction tubulaire lisse puis en y implantant l'entaille sur la surface extérieure.

Tout d'abord, des essais de traction sur éprouvettes cylindriques lisses ont été conduits à 20°C et à une vitesse de déplacement traverse basse de 2 mm/min afin de mesurer le coefficient de Poisson ($\approx 0,38$) et d'effectuer une première estimation du module de Young à l'ambiante ($\approx 2,55\text{ GPa}$). Afin d'explorer une gamme de taux de triaxialité des contraintes représentative de l'application industrielle, l'un des deux rayons d'entaille devait être proche du rayon de courbure du filet de vis dont la valeur moyenne d'environ $60\text{ }\mu\text{m}$ avait été mesurée au préalable. Ce rayon particulièrement faible a finalement pu être atteint en usinant l'outil de coupe par électroérosion. Des essais de traction sur éprouvettes cylindriques entaillées avec deux rayons d'entaille initiaux (1 mm et $0,06\text{ mm}$) ont ensuite permis d'étudier le comportement mécanique du matériau lorsque celui-ci est soumis à un chargement multiaxial.

La campagne de caractérisation du comportement du matériau s'est donc dotée de résultats d'essais de traction sur éprouvettes tubulaires entaillées TE1 et TE0,06 conduits à différentes vitesses (2 mm/min , 20 mm/min , 200 mm/min et 500 mm/min). Ces essais ont par ailleurs été réalisés dans la gamme de températures associée au procédé : 60°C et 85°C . Les résultats obtenus ont principalement montré que l'adoucissement de la contrainte nette (force divisée par l'aire de la section minimale initiale) est plus marquée sur l'éprouvette TE0,06, indiquant un rhéodurcissement moins important ainsi qu'un endommagement plus élevé que sur l'éprouvette

TE1. On a également constaté que l'augmentation de la température engendre certes une chute très importante de la contrainte nette mais que celle-ci influence assez peu l'allure des courbes contrainte nette-ouverture d'entaille. Finalement, le matériau s'est avérée être assez peu sensible à la vitesse de sollicitation et que cette sensibilité est d'autant moins élevée à mesure que la température augmente.

Comme évoqué juste avant, l'approche expérimentale empruntée au cours de cette étude est de type multi-échelles. A ce titre, l'évolution de la porosité du matériau au cours d'un chargement multiaxial régnant dans la section minimale a été caractérisé en mesurant à l'échelle microscopique la distribution du taux de porosité au sein de la zone blanchie d'éprouvettes TE1 et TE0,06 interrompues à deux instants différents du chargement. Ainsi pour chacun des deux points d'interruption les profils des distributions radiales et axiales du taux de porosité ont été construits en analysant et en traitant les images de l'intérieur des éprouvettes interrompues provenant d'une série d'observations tomographiques synchrotron réalisées à l'ESRF de Grenoble. Ces observations ont notamment révélé un effet d'entaille marqué sur l'éprouvette TE0,06, c'est-à-dire un taux de porosité maximal localisé près du fond d'entaille qui se déplace peu à peu vers le plan à mi-épaisseur de l'éprouvette tubulaire au cours du chargement. Ce phénomène ne se produit en revanche pas sur les éprouvettes TE1 et le taux de porosité maximum reste positionné au centre de l'épaisseur de l'échantillon tout au long du chargement. Cet effet d'entaille a donc pu être intégré dans les mesures effectuées. Notons que des observations MEB menées à plus faibles échelles sur des surfaces rectifiées par ultra-cryo-microtomie dans la direction longitudinale des mêmes échantillons interrompus ont été réalisées en parallèle. On a notamment constaté grâce à ces observations que les entités identifiées comme des cavités sous forme de disques visibles sur les images tomographiques étaient en réalité constituées d'une multitude de nanocraquelures de longueur caractéristique d'environ 50 nm. A l'échelle la plus fine explorée, le matériau s'apparente à un composite. Les nanocraquelures «germent» puis croissent au sein d'une matrice en suivant une direction privilégiée qui semble correspondre à celle des lamelles cristallines. Le renfort, à savoir les nodules de SBR (styrène-butadiène rubber) introduites dans la composition du POM, jouent clairement le rôle d'obstacles à la propagation des nanocraquelures.

Toujours à l'échelle locale, un essai in-situ en laminographie synchrotron sur une éprouvette de type «Compact Tension» (CT) a également été réalisé dans le but d'analyser les mécanismes de rupture du matériau. Les résultats ont montré que les cavités les plus grosses susceptibles d'amorcer la fissure macroscopique principale se situent à mi-épaisseur de l'éprouvette et à une certaine distance du fond d'entaille. L'observation laminographique a également révélé une réduction de l'épaisseur de l'échantillon en cours de chargement à l'échelle macroscopique (20% environ). A l'échelle microscopique, on observe des cavités sous forme de disque. Le taux de porosité est maximal dans le plan à mi-épaisseur et s'estompe lorsqu'on se rapproche des

surfaces. Ce qui induit une propagation de la fissure principale plus importante au centre que proche de la surface, révélant ainsi l'origine de l'effet tunnel (front de fissure courbe) observé sur la surface de rupture finale. Les observations de ces cavités montrent donc des effets 3D manifestes (réduction d'épaisseur, effet tunnel) dont la modélisation doit rendre compte.

Une fois constituée, la base expérimentale a été exploitée afin d'optimiser les coefficients du modèle GTN ayant le taux de porosité comme variable interne et dont la croissance est gérée numériquement. Ce modèle est implémenté en «grandes déformations» dans le code de calcul par éléments finis ZéBuLoN employé au cours de cette étude. Les paramètres matériau ont été identifiés en utilisant une méthode d'optimisation «inverse». La stratégie d'identification a tout d'abord consisté à identifier à l'échelle globale les coefficients liés au comportement viscoplastique du matériau en comparant en cours de chargement les évolutions expérimentale et numérique de la contrainte nette, de l'ouverture d'entaille ainsi que de la réduction diamétrale. Cette opération a été effectuée pour les trois températures explorées. Dans un second temps, l'un des deux paramètres régissant l'évolution de l'endommagement a été optimisé à l'échelle locale en confrontant des distributions de taux de porosité prévues par la simulation avec celles mesurées expérimentalement. En agissant sur ce paramètre, il a été possible de reproduire l'effet d'entaille constaté sur l'éprouvette TE0,06, garantissant de ce fait que le modèle prévoit localement une évolution réaliste du taux de porosité lorsque la valeur du taux de triaxialité des contraintes est importante. On a finalement entrepris d'identifier le deuxième paramètre d'endommagement qu'est le taux de porosité critique f_c pilotant le critère de rupture du modèle GTN. La démarche employée pour sa détermination a été de modéliser puis de simuler l'essai in-situ en laminographie synchrotron conduit sur une éprouvette CT. La valeur de f_c retenue est apte à reproduire la position ainsi que l'instant de l'amorçage de la fissure macroscopique. Précisons que ne disposant pas de données expérimentales permettant de mettre en exergue l'évolution des mécanismes d'endommagement et de rupture en fonction de la température on a fait le choix de construire une dépendance des paramètres q_2 et f_c vis-à-vis de la température en s'appuyant sur l'hypothèse que l'effet d'entaille mesuré à 20°C sur l'éprouvette TE0,06 évolue de façon similaire quelle que soit la température mais de plus en plus lentement à mesure que celle-ci augmente. La démarche de l'approche locale s'est donc achevée à ce niveau de l'étude.

Le projet est ensuite entré dans la phase de mise en application des outils de l'approche locale de la rupture pour traiter la problématique industrielle de vissage-taraudage. Dans un premier temps, une étude de faisabilité de la simulation numérique de ce procédé a mis en évidence les verrous d'ordre numérique ne permettant pas de simuler la localisation de l'amorçage de la fissure dans la zone taraudée. Ainsi on a tout d'abord évoqué le fait qu'une fonction de remaillage en cours de calcul, pourrait éviter la distorsion d'éléments situés à l'interface de contact entre la vis et le bossage. Néanmoins, une stratégie de simulation alternative a été proposée afin de mener à bien le calcul du procédé depuis l'amorçage de la fissure jusqu'à

la fin de sa propagation au sein du bossage. Elle consiste à considérer une entaille présente initialement dans le bossage et dont l'ouverture est imposée par l'avancée du filet de la vis. Au fur et à mesure de l'ouverture de l'entaille, l'endommagement près du fond de celle-ci se développe et une fois le taux de porosité critique f_c atteint on assiste à l'amorçage puis à la propagation d'une fissure de nature proche de celle observée expérimentalement. La prise en compte de l'élévation de la température au cours de la phase de vissage-taraudage a ensuite été abordée grâce à des calculs thermomécaniques couplés. Le calcul mécanique produit un auto-échauffement local du matériau dû à la dissipation d'une partie de la puissance plastique en chaleur tandis que le champ de température résultant du calcul thermique change les paramètres matériaux du modèle mécanique. Dans le but d'estimer l'état de l'endommagement à la fin du processus de vissage-taraudage, deux types de calculs couplés ont été effectués. Le premier consiste à imposer une température constante de 20°C en surface, la seule source de chaleur étant l'auto-échauffement. Cet auto-échauffement se diffuse dans le polymère par conduction et les paramètres matériaux sont mis à jour en fonction de la température. Il a été montré dans ces conditions que l'élévation de la température se situe aux alentours du premier point de contact entre le métal et le polymère. Elle ne dépasse pas 5°C aux deux vitesses d'indentation considérées 2 mm/min et 2 mm/s. L'augmentation de la vitesse d'indentation, ne s'accompagnant pas d'élévation de température, rigidifie le comportement du matériau. Par effet d'augmentation de la charge limite de la structure, le profil d'endommagement est similaire à celui d'un matériau en plasticité confinée où le maximum se localise en fond d'entaille. Le niveau du taux de porosité est plus faible car la déformation plastique est réduite. Dans le second calcul, on considère une vitesse d'indentation de 2 mm/s et on impose sur les lèvres de l'entaille une température initiale de 60°C, une vitesse d'échauffement de 50°C/s ainsi qu'une température maximale de 85°C. Ces données s'appuient sur les résultats expérimentaux de l'expérience de thermographie. De ce fait, l'échauffement provoque un adoucissement marqué du comportement mécanique du polymère aux alentours du filet de vis qui se traduit par une diminution de l'ouverture appliquée au niveau du fond d'entaille. L'élévation de la température par conduction au niveau du fond d'entaille adoucit également le matériau. Le cumul de ces deux effets entraîne la baisse du niveau d'endommagement malgré la persistance du profil d'endommagement en plasticité confinée.

Finalement, deux applications directes destinées à l'industriel sont décrites dans la dernière partie de cette étude. La première fournit un diagramme de fonctionnement permettant d'optimiser la vitesse de vissage et couple de serrage pour fiabiliser l'assemblage, avec en plus la marge de sécurité associée. Le dernier calcul numérique, à la demande de l'industriel et réalisé en trois dimensions, simule le vissage puis le serrage d'un assemblage vis polymère (POM)/écrou polymère (POM) à pas métrique. Cet exemple a permis d'estimer par simulation la localisation du maillon faible de l'assemblage en question ainsi que le niveau d'endommagement attendu en ce point pour juger de la tenue en service de toute la structure.

Au terme de cette étude, il convient de dresser les perspectives qui sont nombreuses. Elles concernent d'une part des pistes à explorer pour exploiter pleinement les possibilités du modèle existant et d'autre part des projets susceptibles de combler les manques évoqués tout au long des chapitres précédents.

Données expérimentales :

Les données expérimentales en température ne sont pas assez étoffées. La validation complète de l'approche requiert au moins l'évolution du taux de porosité critique en fonction de la température. Nous avons mentionné que ces données sont difficiles à obtenir si on se base sur le dispositif de laminographie. Il faudrait certainement revenir sur des observations tomographiques *ex-situ*, c'est-à-dire à partir d'éprouvettes axisymétriques doublement ou triplement entaillées testées jusqu'à la rupture à différentes températures. On observera l'état d'endommagement dans l'entaille qui n'aura pas rompue, il est supposé proche de l'état critique. Pour ce qui est du dispositif de laminographie, soulignons qu'une mini-machine d'essai, bien instrumentée, vient d'être réalisée au Centre des Matériaux. Elle peut s'adapter sur les systèmes de pilotage et d'acquisition sur divers synchrotrons et tomographes de laboratoires accessibles.

Simulation numérique :

Nous avons signalé la nécessité de disposer d'une méthode de remaillage automatique. Cela permettrait d'éviter d'intuiter une pré-entaille pour localiser correctement l'amorçage de la fissure. De même, comme tout modèle « adoucissant », celui de GTN présente le défaut de dépendre de la finesse de la taille de maille. L'approche non locale est une alternative sur laquelle plusieurs chercheurs se penchent. Enfin, la sophistication du modèle, le nombre élevé de degrés de liberté en 3D ainsi que la prise en compte du contact ont fait que le coût calcul a été jugé prohibitif ici. Il convient peut-être de réfléchir sur la possibilité d'effectuer des calculs parallèles.

Approche locale versus approche globale :

Avec le modèle actuel on peut simuler n'importe quel essai effectué sur éprouvette classique de la mécanique de la rupture et utiliser les procédures normalisées de détermination des paramètres tels que la ténacité G_{IC} , J_{IC} ou la courbe de résistance à la déchirure ductile ($J - \Delta a$). La simulation d'un tel essai permettra d'analyser finement la marge de sécurité inhérente à l'approche globale, jugée trop pessimiste (« overconservative » en anglais).

L'European Structural Integrity Society (ESIS TC4) a lancé une campagne d'études sur l'influence de l'implantation de l'entaille (usinage, découpe laser, cutter...) sur les éprouvettes pré-fissurées. Dans le présent modèle, il est possible de faire varier le taux de porosité initial sur une couche d'éléments sur la lèvres de fissure, qu'on aura au préalable mesuré en tomographie par exemple, selon la méthode utilisée. De même, le présent modèle permet de comparer les

approches en 3D et celles en 2D déformation plane ou 2D contrainte plane. Enfin, la méthodologie utilisée ici peut également s'étendre aux problématiques d'usinage ou de découpe de matériaux polymères.

Autre matériau :

Au début de ce projet, un autre matériau avait été livré pour étude : le polyamide 6 chargé de fibres de verre courtes (PA6FV). Bien que disposant de données tomographiques sur ce matériau, nous n'avons pas pu développer en parallèle les mêmes investigations que pour le POM, par faute de temps. On peut donc poursuivre la même méthodologie, avec en plus une prise en compte de l'effet de l'humidité. La matrice PA6 étant hydrophile et l'hygrométrie des salles de montage n'étant généralement pas contrôlée.

Bibliographie

- [Ben Hadj Hamouda et al., 2009] Ben Hadj Hamouda, H., Laiarinandrasana, L. & Piques, R. (2009). *International Journal of Pressure Vessels and Piping* 86, 228 – 238.
- [Boisot, 2009] Boisot, G. (2009). Mécanismes et modélisation mécanique de la déformation, de l'endommagement et de la rupture du PolyAmide 11 pur et renforcé choc. PhD thesis, École Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [Kausch, 1976] Kausch, H. (1976). *Kunstst Ger Plast* 66, 538–544.
- [Lafarge, 2004] Lafarge, M. (2004). Modélisation couplée comportement endommagement et critères de rupture dans le domaine de la transition du pvdf. PhD thesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [Pineau, 2006] Pineau, A. (2006). *International Journal of Fracture* 138, 139–166.
- [Regrain, 2009] Regrain, C. (2009). Comportement, endommagement et fissuration par fluage du polyamide 6 étude expérimentale et modélisation. PhD thesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.

Annexes

Annexe A : Techniques expérimentales utilisées pour relever les propriétés physico-chimiques du matériau

A.1 La spectroscopie infrarouge

La spectroscopie infrarouge est la méthode la plus employée pour la caractérisation des structures moléculaires. Dans l'IR, les vibrations des liaisons moléculaires sont excitées par absorption de lumière à des longueurs d'ondes discrètes dans le domaine de l'infrarouge (généralement entre 4 000 à 200 cm^{-1}). Cela permet d'analyser les groupements chimiques d'un composé cristallin ou amorphe, minéral ou organique avec une limite de détection d'environ 5% massique. L'avantage de cette technique est de permettre une analyse structurale moyenne des phases minérales et organiques simultanément, sans que ces phases ne soient séparées ou bien cristallisées [Cotte et al., 2013].

A.2 La pyrolyse en couplage chromatographie en phase gazeuse/spectrométrie de masse)

La chromatographie est une technique physique de séparation d'espèces chimiques. L'échantillon contenant une ou plusieurs espèces est entraîné par un courant de phase mobile (liquide, gaz ou fluide supercritique) le long d'une phase stationnaire (papier, gélatine, silice, polymère, silice greffée etc); chaque espèce se déplace à une vitesse propre dépendant de ses caractéristiques et de celles des deux phases.

La chromatographie en phase gazeuse (CPG) est, comme toutes les techniques de chromatographie, une technique qui permet de séparer des molécules d'un mélange éventuellement très complexe de nature très diverses. Elle s'applique principalement aux composés gazeux ou susceptibles d'être vaporisés par chauffage sans décomposition. Le mélange à analyser est vaporisé à l'entrée d'une colonne, qui renferme une substance active solide ou liquide appelée phase

stationnaire, puis il est transporté à travers celle-ci à l'aide d'un gaz porteur (ou gaz vecteur). Les différentes molécules du mélange vont se séparer et sortir de la colonne les unes après les autres après un certain laps de temps qui est fonction de l'affinité de la phase stationnaire avec ces molécules.

La spectrométrie de masse est une technique physique d'analyse permettant de détecter et d'identifier des molécules d'intérêt par mesure de leur masse, et de caractériser leur structure chimique. Son principe réside dans la séparation en phase gazeuse de molécules chargées(ions) en fonction de leur rapport masse/charge (m/z).

La chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse est une méthode d'analyse qui combine les performances de la chromatographie en phase gazeuse et de la spectrométrie de masse afin d'identifier et/ou de quantifier précisément de nombreuses substances.

A.3 L'analyse Calorimétrique Différentielle (Modulated Differential Scanning Calorimetry M.D.S.C)

A.3.1 D.S.C

La D.S.C est une technique expérimentale permettant de déterminer les principales températures de transitions des thermoplastiques. Ainsi, la tête de mesure est constituée d'une enceinte E etc.(cf. figure 35) dans laquelle la température T_e , la plus homogène possible, peut varier de façon programmée (croissante, décroissante, et constante).

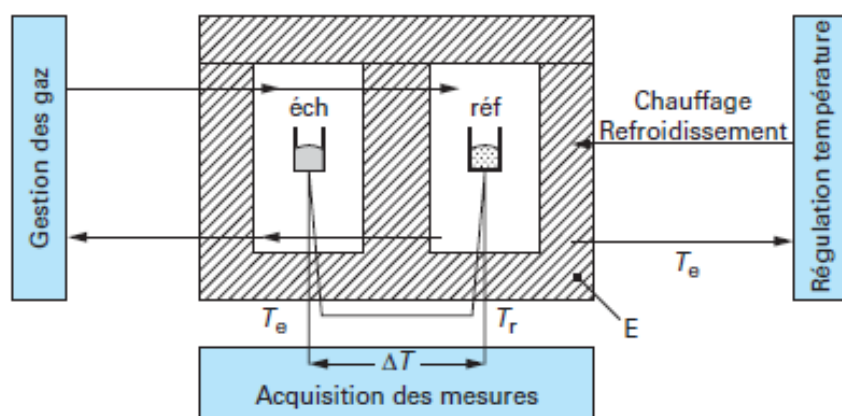


FIGURE 35 – Montage d'un appareil d'analyse calorimétrique différentielle [Grenet & Legendre, 2013a]

Cette enceinte renferme deux creusets, l'un contenant l'échantillon à étudier, et l'autre un corps de référence, inerte d'un point de vue thermique dans le domaine de température étudié. Enfin, un dispositif (thermocouple, résistance de platine...) permet d'enregistrer les

températures T_e et T_r (ou leur différence) en fonction du temps ou de la température du four. L'ensemble du montage étant en théorie parfaitement symétrique, l'échantillon et la référence reçoivent la même quantité d'énergie thermique. Ainsi, lorsqu'une transformation de phase se produit, celle-ci s'accompagne d'un dégagement ou d'une absorption de chaleur selon qu'il s'agisse d'une réaction exothermique ou endothermique. La réaction entraîne donc dans le même temps une variation de la température de l'échantillon ce qui crée un différentiel thermique avec la référence. Sachant que le système a pour consigne de maintenir rigoureusement identique la vitesse de chauffage imposée aux deux creusets, il doit augmenter ou diminuer le flux de chaleur fourni à l'échantillon de telle sorte que celui-ci reste égal à celui fourni à la référence. Ainsi en mesurant cette différence de flux de chaleur fourni on est mesure d'en déduire la quantité d'énergie absorbée ou dégagée par l'échantillon. On peut par exemple voir sur la figure 36 la courbe différentielle typique que l'on obtient lors de la fusion du matériau. La fusion correspondant à une transformation endothermique, il y a absorption de chaleur et donc diminution de la température T_e de l'échantillon. Le différentiel thermique étant dans ce cas négatif, le pic est dirigé vers le bas.

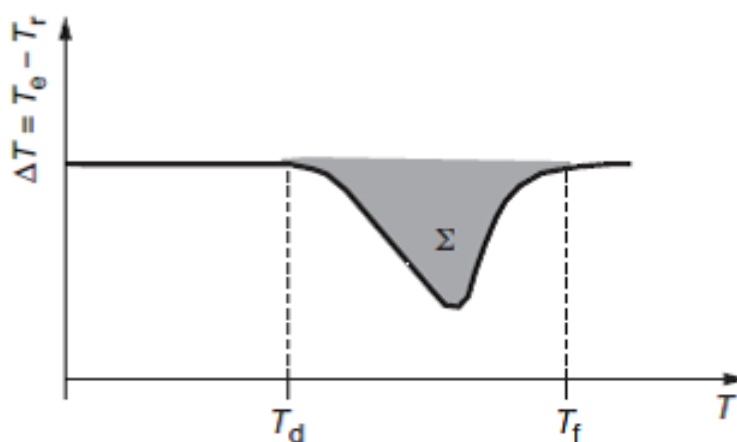


FIGURE 36 – Exemple de courbe différentielle obtenue lors de la fusion du matériau avec T_d température de début et T_f de fin. avec T_d température de début et T_f de fin [Grenet & Legendre, 2013a]

A.3.2 DSC-TM (calorimétrie différentielle à température modulée)

La calorimétrie différentielle à température modulée ou DSC-TM (MDSC®, MT-DSC®) a été mise au point il y a une quinzaine d'années par Reading et al. [Reading, 1993]. L'objectif de leurs travaux était de séparer la contribution dépendant de la température de celle dépendant de la vitesse de changement de la température dans la réponse de l'échantillon. Ainsi à la différence de la DSC classique où l'on impose une variation linéaire de la température, en DSC-TM, la température du four de l'appareil est programmée selon la loi :

$$\theta = \theta_0 + \beta_0 t + A \sin \omega t \quad (2)$$

où β_0 est la vitesse correspondant à la variation linéaire de température sous-jacente, ω la pulsation et A l'amplitude de la modulation périodique (cf. figure III.37(a)). La vitesse $\beta(t)$ de variation de la température n'est plus constante comme en DSC classique mais varie avec le temps selon la relation :

$$\frac{d\theta}{dt} = \beta(t) = \beta_0 + A_v \cos \omega t \quad (3)$$

La vitesse oscille autour de la vitesse moyenne β_0 entre deux valeurs β_{max} et β_{min} égales à $\beta_0 \pm A_v$ (où $A_v = \omega A$) (cf. figure III.37(b)).

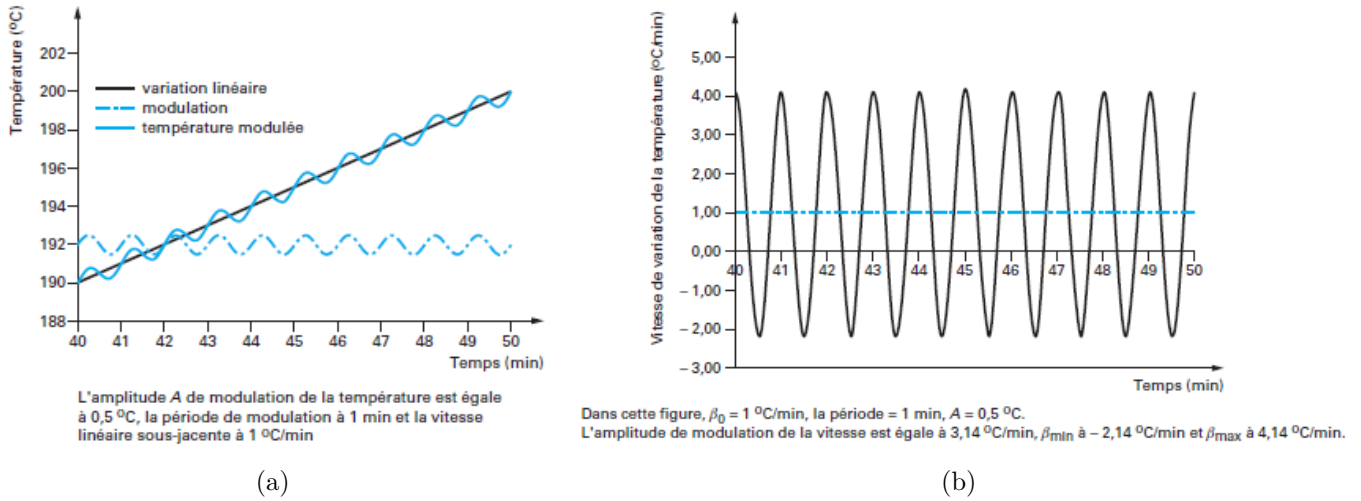


FIGURE 37 – (a) : Illustration d'une rampe de température modulée sinusoïdalement [Grenet & Legendre, 2013b].; (b) : En DSC-TM, la vitesse est modulée (trait plein) ; en DSC classique, la vitesse est constante (trait interrompu) [Grenet & Legendre, 2013b].

Ainsi l'avantage principal de la DSC-TM par rapport à la DSC classique est de pouvoir analyser un certain nombre de polymères ou mélanges de plusieurs polymères présentant des événements thermiques (température de transition vitreuse, température de cristallisation, etc.) proches. En effet en DSC classique ces matériaux sont parfois très difficiles à interpréter étant donné que sur la réponse en flux de chaleur total ces événements sont quasiment superposés. En DSC-TM le flux de chaleur total peut être décomposé en deux types de flux, le flux «inversible», composante dépendant de la vitesse de chauffage ou de refroidissement, et la flux «non inversible». Ainsi Grenet & Legendre [Grenet & Legendre, 2013b] prennent comme exemple le cas d'un mélange injecté inconnu de PET et d'ABS afin d'illustrer l'avantage de la DSC-TM par rapport à la DSC classique. En effet étant donné que la température de transition vitreuse de l'ABS et de cristallisation froide du PET sont très proches il est très difficile d'exploiter une analyse réalisée en DSC classique qui ne permettra pas de différencier ces deux températures.

En DSC-TM, le flux total une fois décomposé révèle les deux températures de transition vitreuse grâce au flux inversible ainsi que la cristallisation froide du PET en analysant le flux non inversible.

A.4 Analyse Thermo-mécanique Dynamique (Dynamic Mechanical Thermal Analysis D.M.T.A)

Cette technique expérimentale est dédiée à l'étude des propriétés viscoélastiques des matériaux et plus spécifiquement les polymères. Plus précisément, celle-ci permet d'une part de déterminer le module complexe de Young (noté E) et le facteur d'amortissement (noté $\tan\delta$) en fonction de la température et de la fréquence d'excitation, et d'autre part la température de transition vitreuse T_g . Effectivement, on rappelle que les polymères thermoplastiques sont des matériaux viscoélastiques et par conséquent leurs modules d'élasticité varient fortement avec la température et la fréquence. Ainsi, l'essai consiste généralement à imposer une déformation (ou déplacement) oscillatoire à l'échantillon par l'intermédiaire d'un excitateur électrodynamique (cf. figure 38) et de mesurer la réponse mécanique dynamique en contrainte (ou en force) grâce à un capteur de force situé sous le porte-échantillon. Il est également possible d'imposer une force dynamique et de mesurer le déplacement résultant. Au cours du chargement mécanique, on impose une rampe ou un palier de température à l'échantillon, préalablement confiné dans une enceinte thermostatée, sachant que la mesure de la température est récupérée via une sonde en quasi contact avec la surface de l'échantillon.

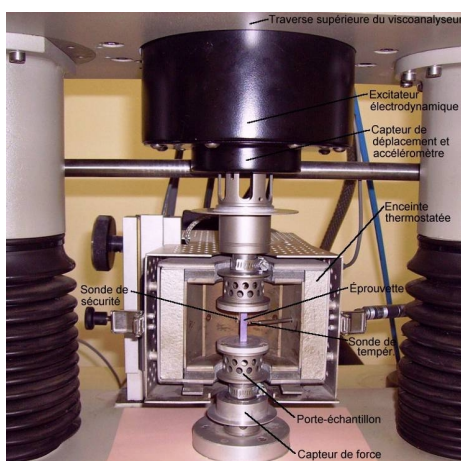


FIGURE 38 – Colonnes de mesure d'un viscoanalyseur

Les polymères sont des matériaux qui présentent des propriétés viscoélastiques et par conséquent on constate un déphasage entre les signaux d'entrée sinusoïdaux d'excitation et les signaux de sortie (eux aussi sinusoïdaux et de même fréquence dans le domaine linéaire, mais

d'amplitude différente). Celui-ci est donné par l'angle de phase δ qui est calculé à partir du traitement de ces signaux selon une transformée de Fourier rapide (notée FFT). Notons que la température de transition vitreuse est déterminée à partir du pic de l'angle de phase δ . Par ailleurs, connaissant la rigidité dynamique et la géométrie de l'échantillon on est en mesure de calculer le module élastique du matériau.

A.5 La nano-indentation instrumentée

Les essais de nano-indentation instrumentés sont des tests permettant de mesurer l'effort engendré par la pénétration d'un indenteur généralement Berkovitch dans le matériau que l'on souhaite analyser. On peut voir sur la figure 39(a) l'allure typique d'une courbe force-déplacement obtenue. Notons que les paramètres indiqués sur le graphe sont explicités sur le schéma de la figure 39(b).

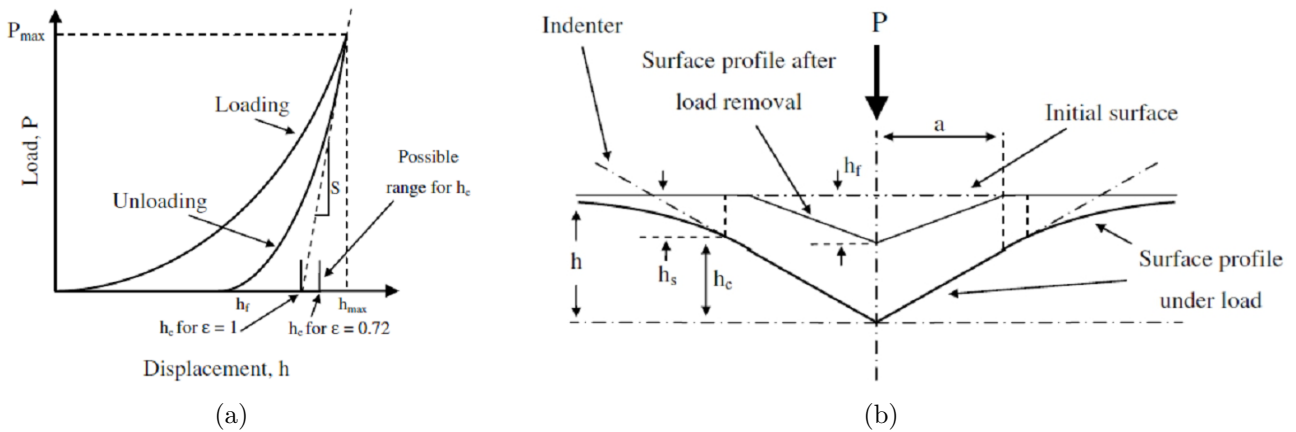


FIGURE 39 – (a) : Courbe force-déplacement typique obtenue; (b) : Illustration du processus de déchargement et mise en évidence des paramètres intervenants. Source : [Bourmaud & Pimbert, 2008]

A partir de cette courbe globale et en utilisant les équations qui vont être détaillées juste après, il est ensuite possible de calculer notamment le module de Young en ce même point. On exploite ainsi la pente à la décharge S qui permet d'accéder au module d'élasticité effectif E_r via la relation suivante :

$$S = 2aE_r = \frac{2\beta}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{24,56h_c^2} \quad (4)$$

où, h_c est la profondeur de contact, a le rayon de contact et β une constante qui dépend de la géométrie de l'indenteur (1,034 pour un indenteur de type Berkovitch). Connaissant le module effectif E_r , qui résulte de la déformation à la fois de l'indenteur et de l'échantillon, on peut calculer le module de Young mais également le coefficient de Poisson du matériau testé

en appliquant l'équation suivante :

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1 - \nu^2)}{E} + \frac{(1 - \nu_i^2)}{E_i} \quad (5)$$

Notons que dans l'équation précédente $E_i(1140GPa)$ et $\nu_i(0,07)$ sont respectivement le module de Young ainsi que le coefficient de Poisson du diamant que constitue l'indenteur, E et ν étant ceux de l'échantillon. Précisons que le système utilisé est le Nanoindenter XP produit par l'entreprise MTS Nano Instruments.

Annexe B : Courbe de traction rationnelle

B.1 Contrainte et déformation axiale vraies

Concernant la déformation axiale vraie ε_{zz}^v (cf. figure 40), celle-ci se déduit de la déformation nominale grâce à la relation suivante :

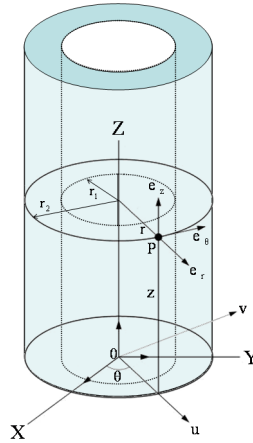


FIGURE 40 – Schéma de l'éprouvette de traction lisse tubulaire prélevée sur la pièce industrielle.

$$\varepsilon_{zz}^v = \ln(1 + \varepsilon_{zz}) \quad (6)$$

On sait en effet que : $d\varepsilon_{zz}^v = \frac{dz}{z} \Rightarrow \varepsilon_{zz}^v = \int \frac{dz}{z}$

Ce qui donne : $\varepsilon_{zz}^v = \ln \frac{z}{z_0}$

Sachant que la déformation nominale vaut $\varepsilon_{zz} = \left(\frac{z - z_0}{z_0} \right)$ on retrouve l'équation 6.

On détermine désormais la contrainte axiale vraie, ou de Cauchy, qui tient compte de la variation de section, contrairement à la contrainte nominale, c'est à dire celle de Piola-Kirchoff. La contrainte vraie suivant l'axe z est donc égale à $\sigma_{zz}^v = \frac{F}{S}$ avec S la section courante de l'éprouvette et F la force appliquée sur les deux surfaces latérales que l'on considère comme

étant uniformément répartie.

On souhaite donc maintenant connaître l'expression de la section courante. Sachant que la déformation volumique vaut :

$$\varepsilon_V = \ln\left(\frac{V}{V_0}\right) = \ln\left(\frac{Sl}{S_0l_0}\right) = \ln\left(\frac{S}{S_0}\right) + \varepsilon_{zz}^v = \varepsilon_{rr}^v + \varepsilon_{\theta\theta}^v + \varepsilon_{zz}^v \quad (7)$$

On en déduit que dans le cas d'un matériau isotrope :

$$\ln\left(\frac{S}{S_0}\right) = \varepsilon_{rr}^v + \varepsilon_{\theta\theta}^v = 2\varepsilon_{rr}^v = 2\varepsilon_{\theta\theta}^v \quad (8)$$

d'où :

$$S = \exp(2\varepsilon_{\theta\theta}^v)S_0 \quad (9)$$

Finalement, à partir de l'équation 9 on en déduit l'expression de la contrainte axiale vraie :

$$\sigma_{zz}^v = \frac{F}{S_0} \cdot \exp(-2\varepsilon_{\theta\theta}^v) = \sigma_{zz} \exp(-2\varepsilon_{\theta\theta}^v) \quad (10)$$

Avec σ_{zz} la contrainte axiale nominale.

La contrainte axiale vraie peut ainsi être estimée à partir de la mesure de la déformation tangentielle nominale $\varepsilon_{\theta\theta}$.

Annexe C : Caractérisation de l'endommagement

C.1 Principe de la tomographie à rayons X appliquée à l'analyse des matériaux.

Rappelons tout d'abord qu'un dispositif classique de tomographie est composé de plusieurs éléments tels qu'indiqué sur le schéma de la figure 41 à savoir une source de rayons X, un monochromateur, une platine de rotation et un détecteur d'absorption des rayons X. Ainsi au cours d'une expérience, un certain nombre de radiographies est réalisée pour un angle différent de l'échantillon par rapport à la trajectoires des rayons X et au détecteur qui lui reste constamment fixe dans l'espace. Une fois l'ensemble des radiographies effectuées, la technique de tomographie est employée. Celle-ci permet de reconstruire une image en 3D de la zone du matériau observé en combinant, grâce à un algorithme de type rétroprojection filtrée [Feldkamp et al., 1984], l'ensemble des informations fournies par la série de radiographies qui sont elles projetées sur un plan 2D.

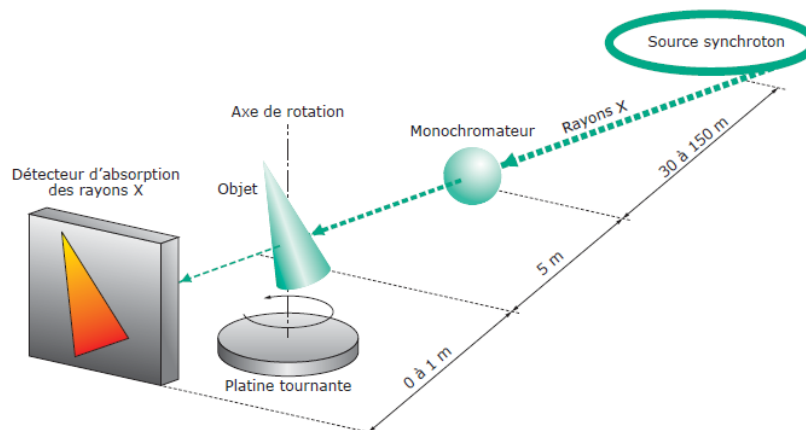


FIGURE 41 – Schéma du dispositif expérimental classique dans une expérience de tomographie à rayons X synchrotron [Di Michiel et al., 2013].

Plus précisément, cette étape de reconstruction consiste à calculer la valeur locale du coef-

ficient d'absorption μ en chaque point de l'échantillon sachant que la taille de ce point, le voxel (extension du pixel en 3D) est conditionnée par la résolution du système d'imagerie qui est plus ou moins élevée selon la puissance de la source. Rappelons que le coefficient d'absorption μ est le paramètre régissant la loi de Beer-Lambert (11) reliant l'absorption de la lumière aux propriétés des milieux qu'elle traverse. Cette loi permet de calculer le rapport entre le nombre de photons transmis N et le nombre de photons incidents N_0 sachant que ce rapport dépend du coefficient d'absorption $\mu(m^{-1})$ du matériau le long du trajet s parcouru par les rayons X au sein de la matière.

$$\frac{N}{N_0} = \exp \left[- \int_s \mu(s) ds \right] \quad (11)$$

La projection de μ varie donc en fonction de la composition et de l'épaisseur du matériau traversé. Cette variation est à l'origine du contraste détecté en radioscopie d'absorption des rayons X. Chaque point d'un détecteur placé derrière un objet irradié reçoit un nombre de photons dépendant du chemin traversé. Si le matériau est homogène, le nombre de photons reçus ne dépend que de l'épaisseur traversée. Si le matériau est hétérogène, ce nombre dépend également de l'atténuation locale en tout point du matériau [Di Michiel et al., 2013]. La tomographie permet donc d'accéder au cœur de la matière pour en apprécier les variations d'absorptions radiologiques et les différences de composition. Elle permet également de localiser très finement toute hétérogénéité, singularité, vide ou inclusion présents dans un objet [Thiery & Gerstenmayer, 2013].

Parmi les différentes sources de rayons X existantes, une seule permet véritablement d'étudier la microstructure interne des matériaux à savoir le rayonnement synchrotron. En effet, comparativement aux autres sources classiques(dispositifs utilisant des tubes à rayons X avec microfoyer), offrant au mieux une résolution d'environ $5\mu m$, le rayonnement synchrotron permet lui d'atteindre une précision bien meilleure(de $0,3\mu m$ à $0,7\mu m$).

Notons que cette précision accrue est liée à la très haute énergie qu'atteignent les électrons (6GeV sur le synchrotron de l'ESRF) après avoir été accélérés au sein de l'accélérateur circulaire (cf. figures 42(a) et 42(b)), ceux-ci étant au préalable accélérés dans l'accélérateur linéaire (linac). A noter qu'une fois que les électrons ont atteint l'énergie voulue dans l'anneau d'accélération, ils sont injectés dans l'anneau de stockage(plusieurs centaines de mètres de circonférence). L'anneau de stockage présente un certain nombre d'aimants de courbure ou électro-aimants qui génèrent un champ magnétique entre 1 et 2 teslas orienté perpendiculairement à la trajectoire des électrons. A noter que le champ généré aux niveaux des points de jonction dévie les électrons et les aligne dans la direction du segment rectiligne suivant. De ce fait la trajectoire des électrons est un polygone et non un cercle. Ainsi les électrons subissent au niveau des aimants de courbure une accélération qui engendre un rayonnement électromagnétique ou rayonnement synchrotron. Ce rayonnement, émis tangentiellement à la trajectoire

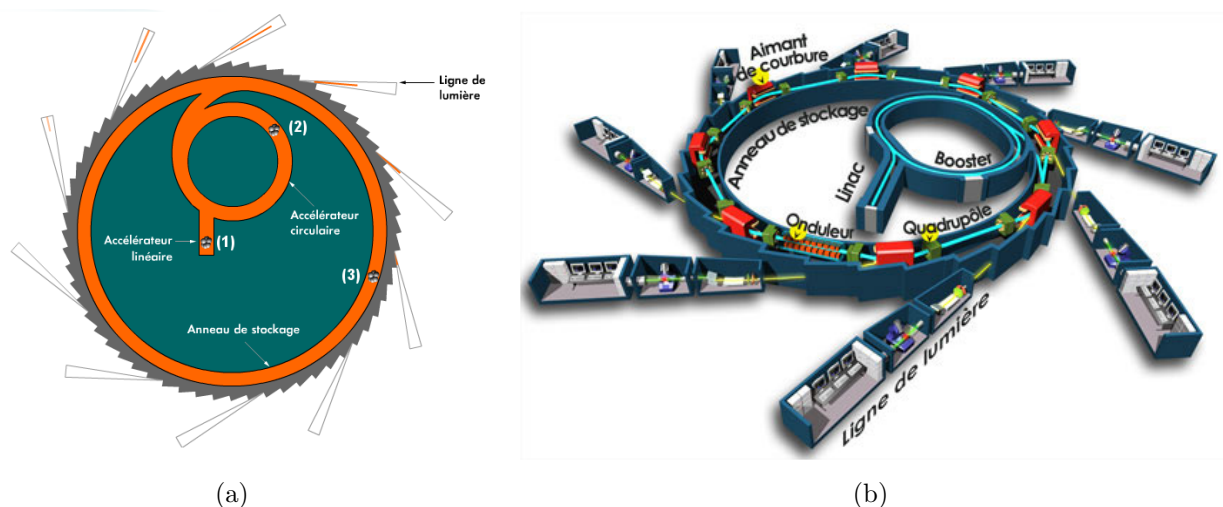


FIGURE 42 – Schémas de principe du synchrotron [ESR, a] et [sol, a].

des électrons, est composé de photons dont le spectre s'étend de l'infrarouge lointain aux rayons X durs. Finalement, ce faisceau de photons est dirigé vers les lignes de lumière où sont menées les différents types d'expériences.

C.2 Laminographie synchrotron

La technique d'imagerie non-destructive de laminographie synchrotron a spécialement été conçue pour l'observation des échantillons larges de faible épaisseur présentant une géométrie de type «plaque» [Helfen et al., 2007], échantillons ne pouvant être analysés dans de bonnes conditions avec la technique de tomographie synchrotron décrite dans le précédent paragraphe. Rappelons en effet que la principale contrainte de la tomographie synchrotron haute résolution réside dans le fait que l'on associe au champ de vision du détecteur un nombre fini de pixels ce qui limite les dimensions spatiales de l'échantillon qui doit être plus petit que le champ de vision du détecteur. Cette contrainte impose souvent de devoir découper une zone d'intérêt de très petite taille dans l'objet que l'on souhaite analyser induisant des risques d'altérations microstructurales lors de la préparation des échantillons. De plus, lorsque les échantillons sont asymétriques ou étendus latéralement (l'idéal étant qu'ils soient axisymétriques) la transmission du faisceau varie fortement au cours de la rotation de l'échantillon pendant l'observation ce qui provoque des artéfacts d'imagerie. Ainsi comme le montre la figure 43 le principe de la technique de laminographie synchrotron consiste à incliner l'axe de rotation de l'échantillon d'un angle $\theta < 90^\circ$, celui-ci étant on le rappelle de 90° en tomographie synchrotron (axe de l'échantillon axisymétrique perpendiculaire au rayonnement transmis 43(b)). Au cours de l'exposition au rayonnement synchrotron l'échantillon est donc en rotation selon un angle incliné ce qui permet d'irradier le matériau sur une aire de surface plus grande que celle du champ de vue du détecteur

d'absorption des rayons X.

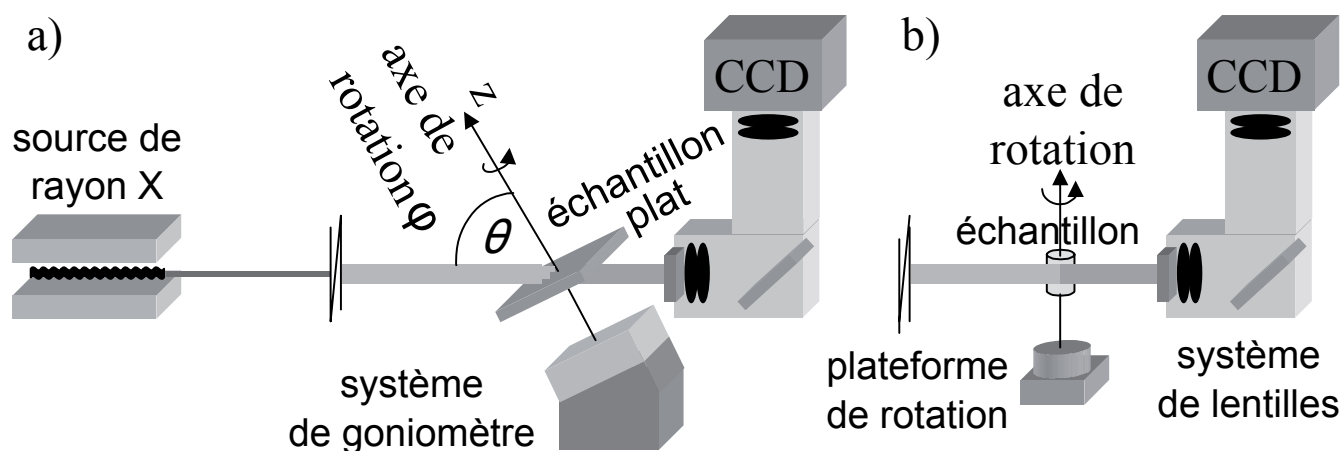


FIGURE 43 – Schéma de comparaison entre la technique de laminographie synchrotron SRCL («synchrotron-radiation computed laminography») (a) et de tomographie synchrotron SRCT («synchrotron-radiation computed tomography») (b) (ligne de lumière ID15 de l'ESRF) (tiré de [Helfen et al., 2007]).

Bibliographie

- [ESR, a] <http://www.esrf.eu/decouvrir/comment-ca-marche-ESRF>.
- [sol, a] <http://www.synchrotron-soleil.fr/>.
- [Bourmaud & Pimbert, 2008] Bourmaud, A. & Pimbert, S. (2008). Composites part a-applied science and manufacturing 39, 1444–1454.
- [Cotte et al., 2013] Cotte, M., Pouyet, E., Radepon, M. & Susini, J. (2013). Méthodes de spectroscopie d'absorption X pour l'analyse des matériaux du patrimoine. Number re214, Editions T.I.
- [Di Michiel et al., 2013] Di Michiel, M., Cloetens, P., Salvo, L. & Maire, E. (2013). Techniques de l'ingénieur-Innovations en analyses et mesures .
- [Feldkamp et al., 1984] Feldkamp, L., Davis, L. & Kress, J. (1984). J. Opt. Soc. Am. A 1, 612–619.
- [Grenet & Legendre, 2013a] Grenet, J. & Legendre, B. (2013a). Analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC). Editions T.I.
- [Grenet & Legendre, 2013b] Grenet, J. & Legendre, B. (2013b). Analyse calorimétrique différentielle à balayage à température modulée (DSC-TM). Editions T.I.
- [Helfen et al., 2007] Helfen, L., Myagotin, A., Rack, A., Pernot, P., Mikulík, P., Di Michiel, M. & Baumbach, T. (2007). physica status solidi (a) 204.

- [Reading, 1993] Reading, M. (1993). Modulated Differential Scanning Calorimetry - A new way forward in materials characterization, vol. 1,. Trends in Pharmacological Sciences.
- [Thiery & Gerstenmayer, 2013] Thiery, C. & Gerstenmayer, J. (2013). Techniques de l'ingénieur-Techniques d'analyse par imagerie .

Approche locale de la rupture dans un thermoplastique semi-cristallin : le PolyOxyMéthylène.

Application : modélisation thermomécanique d'un procédé de vissage-taraudage.

Résumé : L'utilisation croissante des polymères dans les structures industrielles est impulsée par le besoin de réduction du cycle/coût de production ainsi que de l'allègement des structures. Dans l'industrie automobile, PSA Peugeot Citroën s'est lancé sur une problématique liée au dimensionnement d'un procédé d'assemblage de pièces plastiques par vissage-taraudage. Le principe du procédé consiste à réaliser le taraudage directement lors du montage de la pièce « portée » en polymère en utilisant une vis métallique auto-taraudeuse. Il s'agissait alors d'être capable de modéliser numériquement par éléments finis l'opération de vissage-taraudage. Cet outil numérique offre ensuite la possibilité de mener des plans d'expériences plus larges en étudiant l'influence d'un plus grand nombre de paramètres à des fins d'optimisation de procédé d'assemblage impliquant les polymères. Les premières investigations ont montré qu'il s'agissait d'un problème thermo-mécanique complexe où toutes les composantes de déformation des matériaux polymères sont sollicitées : élastique, visqueuse, plastique et volumique. La démarche suivie est donc celle de l'approche locale de la rupture qui nécessite des observations fines des micro-mécanismes de déformation et d'endommagement suivies d'une modélisation par éléments finis s'inspirant de ces micro-mécanismes. Les données expérimentales se basent sur les variables mesurables à partir des essais mécaniques, enrichies par des observations en tomographie X. Cette technique non destructive révélant des images en 3D a permis de caractériser la morphologie et la distribution de la porosité en fond de filet. La prise en compte de cette porosité a été réalisée à l'aide d'un modèle issu de la mécanique des milieux poreux : le modèle de Gurson-Tvergaard-Needleman adapté aux matériaux polymères. Le modèle identifié a permis de construire un diagramme sur lequel peut s'appuyer le choix de la vitesse de rotation optimale du procédé de vissage-taraudage. Une alternative consistant en un assemblage de type vis polymère/écrou polymère a été également étudiée. Grâce à l'approche locale dont le critère de rupture est basé sur la porosité critique, le point faible de l'assemblage ainsi que sa tenue mécanique présumée à partir du niveau d'endommagement atteint en ce point ont pu être estimés.

Mots clés : Approche locale de la rupture, Polymères, Endommagement, Thermo-mécanique, Éléments finis, Taraudage, Vissage

Local approach to fracture on a semi-crystalline thermoplastic : the polyoxymethylene.

Application : thermo-mechanical modelling of a screwing-threading process.

Abstract: The increasing use of polymers in engineering structures is promoted by the need to reduce both cycle/cost production and the weight of these structures. PSA Peugeot Citroën initiated research works to design the assembling process using metallic screwing/threading on polymers. It consists in directly tapping the polymeric piece during the mounting operation by using self-threading metallic screw. The final objective of the work deals with the ability to numerically (finite element) model the screwing/threading operation. This numerical tool offers the possibility to perform a large campaign of study highlighting the sensitivity of the assembly procedure to a significant range of parameters. The first investigations showed that the mechanical problem consisted of complex thermo-mechanical loading for which all the deformation components of the polymeric material were involved: elastic, viscous, plastic and volumetric. The study was performed within the framework of the local approach to fracture, that required fine examinations of the micro-mechanisms of deformation and damage within the polymer. The experimental database were composed of measurable variables obtained from mechanical tests together with a comprehensive X-ray tomographic inspections. This latter non destructive technique revealing 3D images of the deformed microstructure allowed for characterization of the morphology and the distribution of voids within the polymer in the vicinity of the crest. To account for void volume fraction, a model from the mechanics of porous media was utilized: the Gurson-Tvergaard-Needleman model, modified for polymeric materials purposes. The present model allowed for a construction of a failure assessment diagram that would permit to optimize the screwing rotation speed of the screwing-tapping process. An alternative solution consisting of an assembly composed of polymeric screw and polymeric nut was additionally investigated. Thanks to the local approach of fracture criterion based on the critical porosity, the weakest point of the assembly as well as its mechanical residual strength were estimated.

Keywords: Local approach to fracture, Polymers, Damage, Thermo-mechanics, Finite Element, Threading, Screwing

